

**Contribution à l'étude
des cendres
et de quelques éléments minéraux
contenus dans le blé, la farine,
le pain**

THÈSE

POUR LE DOCTORAT D'ÉTAT EN PHARMACIE

présentée et publiquement soutenue devant la Faculté de Pharmacie de Montpellier

Le 18 Novembre 1942

PAR

JEAN DELGA

Pharmacien-Capitaine

Licencié ès Sciences

Lauréat de la Faculté de Médecine

et de Pharmacie de Lyon

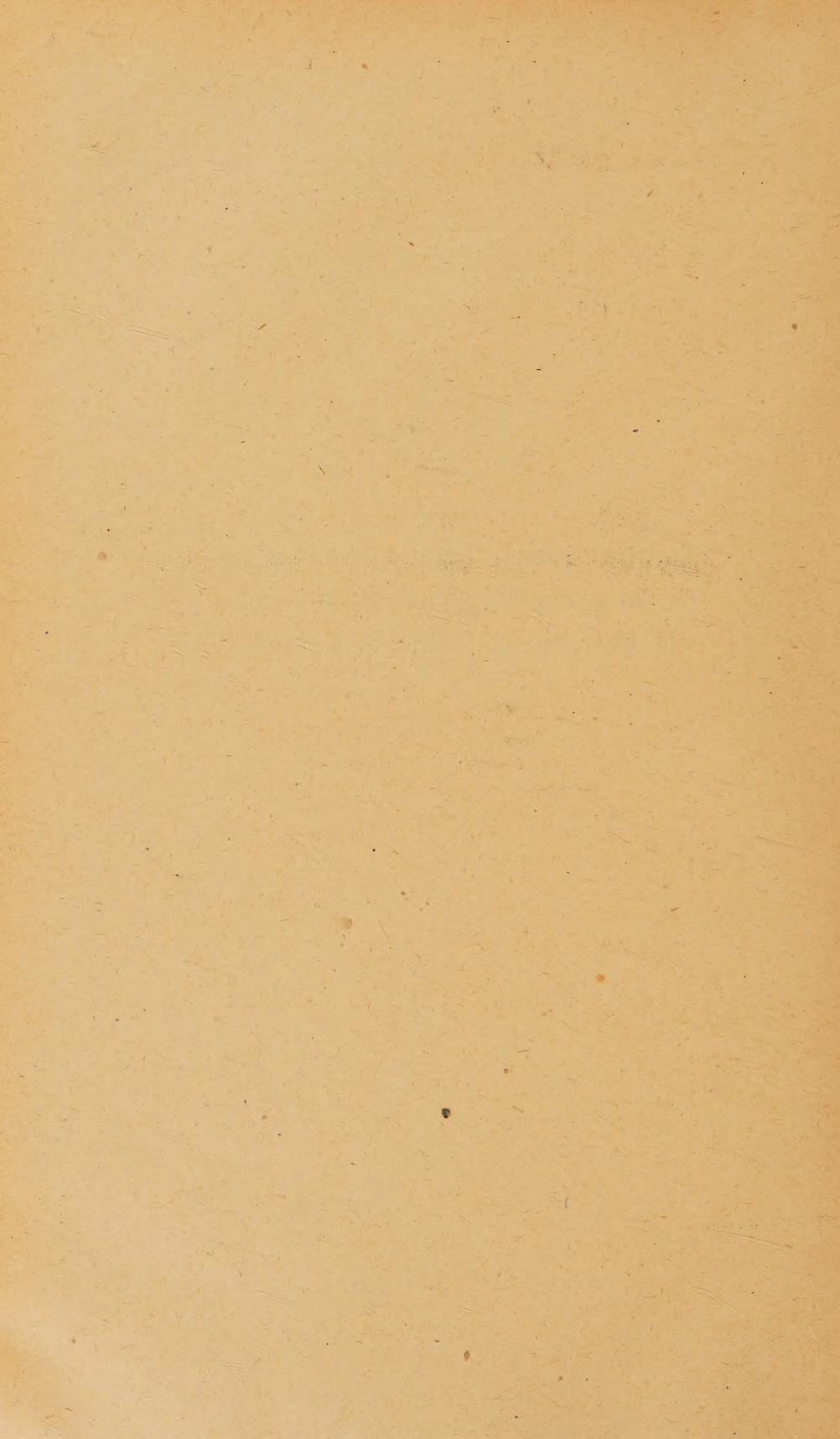
Lauréat de la Société de Pharmacie de Paris

JURY : { MM. A. JUILLET, Professeur, *Président*.
M. MOUSSERON, Professeur
à la Faculté des Sciences. } *Assesseurs.*
P. JAULMES, Professeur.

MONTPELLIER
IMPRIMERIE DE LA CHARITÉ
(Pierre-Rouge)

1942

Contribution à l'étude des cendres
et de quelques éléments minéraux
du blé, de la farine et du pain.



**Contribution à l'étude
des cendres
et de quelques éléments minéraux
contenus dans le blé, la farine,
le pain**

THÈSE

POUR LE DOCTORAT D'ÉTAT EN PHARMACIE

présentée et publiquement soutenue devant la Faculté de Pharmacie de Montpellier

Le Novembre 1942

PAR

JEAN DELGA

Pharmacien-Capitaine

Licencié ès Sciences

Lauréat de la Faculté de Médecine

et de Pharmacie de Lyon

Lauréat de la Société de Pharmacie de Paris

JURY : { MM. A. JUILLET, Professeur, *Président*.
M. MOUSSERON, Professeur
à la Faculté des Sciences. } *Assesseurs*.
P. JAULMES, Professeur.

MONTPELLIER
IMPRIMERIE DE LA CHARITÉ
(Pierre-Rouge)

—
1942

Faculté de Pharmacie de Montpellier

ADMINISTRATION

MM.

A. ASTRUC (O. ✱, I. P. ☞)	<i>Doyen.</i>
A. FAUCON (O. ✱, I. P. ☞) ☞. C. ✱.	
G. O. ✱)	<i>Assesseur.</i>
TOURRETTE (I. P. ☞)	<i>Secrétaire.</i>

PROFESSEURS

MM.

A. ASTRUC (O. ✱, I. P. ☞)	<i>Pharm. galénique et industrielle.</i>
C. HOLLANDE (I. P. ☞)	<i>Zoologie et microbiologie.</i>
A. JUILLET (I. P. ☞)	<i>Botanique et matière médicale.</i>
A. FAUCON (O. ✱, I. P. ☞, ☞, C. ✱,	
G. O. ✱)	<i>Pharmacie chimique.</i>
E. CANALS (I. P. ☞)	<i>Physique.</i>
P. JAULMES (A. ☞)	<i>Analyse et Toxicologie.</i>
R. DOLIQUE (A. ☞)	<i>Chimie minérale.</i>
R. GRANGER, chargé du cours	<i>Chimie biologique</i>

DOYEN HONORAIRE

M. G. MASSOL (✱, I. P. ☞, ☞)

PROFESSEURS HONORAIRES

MM.

F. JADIN (O. ✱, I. P. ☞), Doyen honoraire de la Faculté de Pharmacie de Strasbourg.
M. MOUSSERON, (A. ☞) professeur à la Faculté des Sciences.

MAITRE DE CONFÉRENCES

M. J. GIROUX

CHARGÉS DE COURS COMPLÉMENTAIRES

MM.

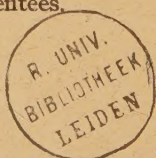
A. JUILLET (I. P. ☞)	<i>Botanique.</i>
A. FAUCON (O. ✱, I. P. ☞, ☞, C. ✱,	
G. O. ✱)	<i>Fonctions en chimie organique.</i>
E. CANALS (I. P. ☞)	<i>Hydrologie.</i>
P. JAULMES (A. ☞)	<i>Toxicologie.</i>
R. DOLIQUE (A. ☞)	<i>Chimie organique.</i>
J. GIROUX	<i>Zoologie.</i>
J. SUSPLUGAS	<i>Cryptogamie.</i>
L. ASTRUC	<i>Législation pharmaceutique.</i>

CHEFS DE TRAVAUX PRATIQUES

MM.

L. FARRÉ (I. P. ☞)	<i>Chimie et Pharmacie.</i>
SUSPLUGAS	<i>Histoire naturelle.</i>
CASTEL	<i>Chimie.</i>

NOTA. — La Faculté de Pharmacie n'accepte la responsabilité d'aucune des opinions émises par les candidats dans les Thèses ou Synthèses qui sont présentées.



A TOUS LES MIENS

A MES MAITRES ET A MES CHEFS

A MONSIEUR LE PROFESSEUR A. JUILLET

Professeur de Botanique et Matière médicale
Correspondant national de l'Académie de Médecine

AVANT-PROPOS

Les circonstances nous ayant conduit à exercer notre profession dans des locaux appartenant à la Faculté de Pharmacie de Montpellier, nous avons été particulièrement touché par l'accueil qui nous a été réservé. Nous avons bénéficié non seulement de la documentation et du matériel des différentes chaires mais encore des précieux conseils qui nous ont été prodigués. Nous prions Monsieur le Doyen et Messieurs les Professeurs, Maîtres de conférence et Chefs de travaux, de bien vouloir trouver ici, avec notre témoignage de reconnaissance, nos respectueux remerciements.

Il nous est particulièrement agréable d'exprimer notre profonde reconnaissance à notre Maître, Monsieur le Professeur JUILLET. Abandonnant à notre profit une partie de ses recherches, il a bien voulu mettre à notre disposition ses laboratoires, déjà amputés par le Service que nous avons l'honneur de diriger, et n'a cessé de s'intéresser à notre travail et de nous faire bénéficier, dans la plus large mesure, de sa vaste érudition. Nous lui exprimons également toute notre gratitude pour la bienveillante et indulgente amitié dont il a bien voulu nous honorer et qui nous a été le meilleur des encouragements.

Malgré sa tâche absorbante, Monsieur le Professeur MOUSSE-
RON nous a toujours réservé l'accueil le plus aimable, ne craignant pas de s'imposer un surcroît de travail pour nous conseiller. Ce n'est jamais en vain que nous avons fait appel à

lui soit comme Professeur à la Faculté de Pharmacie, soit comme Professeur à la Faculté des Sciences et Directeur de l'Institut de Chimie, où il ne cesse de s'intéresser à notre corporation avec la même activité.

A Monsieur le Professeur JAULMES va également notre gratitude. C'est quotidiennement que nous sommes amené à le consulter et c'est avec une inlassable bienveillance qu'il nous accueille et nous vient en aide. Nous le prions de trouver ici nos respectueux remerciements pour l'intérêt qu'il n'a cessé de porter à nos recherches.

INTRODUCTION

Ayant été amené, à la suite de recherches sur les caractéristiques du taux d'extraction des farines, à étudier leur teneur en cendres et la composition des matières minérales, nous avons constaté la nécessité de joindre à cette étude celle de la minéralisation du blé.

Par ailleurs, toutes les farines examinées étant destinées à la panification, il était logique de poursuivre notre enquête sur le pain.

Mais, en raison des difficultés créées par la situation générale et limitant notre enquête aux farines panifiables, nos recherches se sont bornées à l'étude des blés tendres, issus du *Triticum sativum* Lam. à l'exclusion du *Triticum durum* L. et provenant, sauf indication spéciale, du Languedoc méditerranéen.

Nous avons utilisé les techniques classiques, en raison de leur exactitude, de leur commodité et de la généralité de leur emploi, ce qui pouvait conduire à des résultats susceptibles d'être comparés avec les données de la littérature.

L'étude du blé devait constituer la fraction la plus importante de notre travail : l'étude de la farine et celle du pain paraissent en dériver comme corollaire. En réalité, des facteurs importants viennent déformer ces résultats analytiques et le rôle de ces facteurs devait être déterminé.

Pour simplifier notre exposé et en faciliter la lecture, nous avons divisé en deux groupes chacune de ses parties.

Dans un premier groupe, sont rapportées les fluctuations du bloc minéral réduit aux cendres et, dans un second groupe, les variations de cinq éléments choisis en raison de leur rôle primordial dans la physiologie de l'espèce végétale et, par ailleurs, dans la nutrition de l'homme : phosphore, calcium, magnésium, potassium, manganèse.

Nous ne saurions dissimuler l'arbitraire de cette division. L'ensemble de ce travail constitue un tout dont il est difficile d'isoler une partie.

PREMIÈRE PARTIE

MATÉRIEL

ET

TECHNIQUES ANALYTIQUES UTILISÉES

Nos recherches ont porté sur des variétés, races, etc... du *Triticum sativum* Lamark, blés tendres et blés mitadins, à l'exclusion des blés durs *Triticum durum* L. Ce matériel a été emprunté, sauf indication spéciale, à des blés de la région languedocienne.

Les techniques utilisées pour ce travail sont des techniques courantes, souvent éprouvées ; nous ne leur avons apporté que de rares modifications, intéressant des points de détail et constituant surtout une adaptation des méthodes au milieu sur lequel nous opérons.

Nous avons préféré les techniques de microanalyse généralement utilisées en chimie. Ces techniques, actuellement d'un usage très fréquent, présentaient sur les autres l'avantage de ne nécessiter qu'une faible prise d'essai, ce qui nous a été précieux dans bien des cas, en particulier dans l'examen des enveloppes du grain de blé. A cet avantage s'ajoutait celui de la rapidité des opérations, intéressant pour nous en raison du nombre considérable de dosages que nous avions à effectuer.

Préparation de l'échantillon à examiner.

Les prises d'essai étant très faibles, il était nécessaire, même pour les farines, d'opérer sur des échantillons rigoureusement homogénéisés par mélange. Le blé a été pulvérisé sans perte jusqu'à passage sans refus sur un tamis n° 40. Le pain, les biscuits, d'abord séchés à l'étuve, étaient pulvérisés au mortier et passés sur un tamis n° 40.

Ces opérations préliminaires étant achevées, les échantillons étaient conservés dans des récipients hermétiques.

Techniques.

1°) *Humidité* : Séjour à l'étuve à 100-105° de 5 grammes de produit jusqu'à poids constant.

2°) *Cendres* : La teneur en matières minérales des produits pulvérisés est déterminée par incinération au four à moufle électrique.

Introduire dans une capsule séchée et tarée, à fond plat, en quartz, 10 grammes de produit exactement pesés. Placer la capsule à l'entrée d'un four à moufle. La farine est carbonisée en émettant une quantité importante de fumée. Dès que cette émission est terminée, enfoncer la capsule dans le four et chauffer progressivement vers 800° jusqu'à obtention de cendres bien blanches.

3°) *Matières protéiques* : La teneur en matières protéiques est obtenue en multipliant par le coefficient 5,7 la teneur en azote total du grain de blé.

Le dosage de l'azote est effectué par la méthode de Kjeldahl et de la façon suivante. Introduire un poids exact de produit (1) dans un matras de capacité convenable ; lui ajouter 10 cm³ d'eau oxygénée à 35 volumes et verser ensuite, avec

(1) Nos prises d'essai sont de 0.50 g environ pour la farine, le blé, le pain, etc...

précaution, 10 cm³ d'acide sulfurique en agitant. Le liquide entre spontanément en ébullition. Lorsque celle-ci est terminée, ajouter environ 2 grammes du mélange catalyseur obtenu en broyant finement au mortier en une poudre homogène :

oxyde rouge de mercure ..	1 partie,
sulfate de cuivre	1 partie,
sulfate de potassium	10 parties.

Le contenu du matras est alors porté à l'ébullition. Le contenu se concentre, noircit, puis s'éclaircit à nouveau et, en une à deux heures, il se transforme en un liquide limpide de teinte bleue. L'azote est alors intégralement transformé en ammoniacque.

Après dilution avec de l'eau distillée le liquide de minéralisation est introduit dans le ballon d'un appareil de Parnas et Wagner avec les eaux de lavage du matras de Kjeldahl. Ajouter alors une quantité suffisante d'une solution contenant 500 grammes de soude et 100 grammes d'hyposulfite de sodium par litre jusqu'à alcalinisation nette et distiller par entraînement à la vapeur d'eau, dans un volume connu et en excès d'une solution titrée d'acide sulfurique. L'excès sera titré par la soude à l'ébullition en présence de rouge de méthyle.

1 cm³ d'acide sulfurique N/20 correspond à 0,7 mg. d'N.

Pour les cendres et les matières protéiques, tous nos résultats, sauf indication spéciale, sont exprimés en grammes pour 100 g. de substance sèche.

Dosage des éléments minéraux.

Préparation des liqueurs destinées aux dosages : Les éléments minéraux contenus dans les produits à analyser ne peuvent être dosés qu'après destruction de la matière organique. Cette minéralisation peut être effectuée par voie sèche. Mais on sait que de nombreux éléments sont alors volatilisés en totalité ou en partie au cours de cette opération (1). Par contre, le

(1) Nous reviendrons plus loin sur les pertes pouvant se produire au cours de la calcination.

magnésium, le calcium, le manganèse peuvent être correctement dosés sur le résidu obtenu après minéralisation, à condition de prendre certaines précautions. Suivant l'élément dosé, nous avons utilisé la voie sèche ou la voie humide pour détruire la matière organique.

Minéralisation par voie humide : Une quantité exactement pesée de produit (variable avec sa nature : 1 gramme pour la farine, 0,7 pour le blé, 0,3 à 0,5 g. pour le son) est introduite dans un petit ballon de Kjeldahl avec 3 à 4 cm³ d'acide azotique et chauffée avec précaution pour éviter les projections de mousse.

Dès que l'ébullition s'est régularisée ajouter 1 cm³ d'acide sulfurique et continuer à chauffer en ajoutant 1 à 2 cm³ d'acide azotique dès que le liquide noircit. Lorsque tout noircissement a cessé, laisser refroidir, ajouter 5 cm³ d'eau et porter à l'ébullition jusqu'à émission de vapeurs blanches. Laisser refroidir, transvaser le contenu du ballon, après dilution avec de l'eau distillée dans un ballon jaugé de 10 cm³ et, après refroidissement, compléter au trait de jauge.

Sur cette solution, doser le phosphore et le potassium suivant les techniques indiquées plus loin.

Minéralisation par voie sèche : Peser exactement dans une capsule en platine 5 ou 10 grammes de produit suivant la nature, et porter la capsule à l'entrée d'un four à moufle électrique chauffé au rouge sombre. Lorsque la masse calcinée n'émet plus de fumée, enfoncer progressivement la capsule jusqu'à obtention d'un résidu grisâtre pulvérulent. Après refroidissement, imprégner le résidu avec de l'acide azotique dilué au demi, évaporer, calciner à nouveau avec précaution. Généralement les particules noires qui subsistent sont détruites, s'il n'en était pas ainsi, recommencer l'opération précédente aussi souvent qu'il est nécessaire. Lorsqu'il ne reste plus dans la capsule qu'un résidu bien blanc, celui-ci est dissous dans quelques cm³ d'acide azotique dilué et la solution transvasée dans un ballon de 25 cm³. Après lavage de la capsule à l'eau distillée, le volume du liquide est complété au trait de jauge.

C'est sur ce liquide que seront dosés le magnésium, le calcium et le manganèse.

Phosphore.

Après avoir essayé différentes méthodes de dosage du phosphore (méthode de MOUSSERON [1], de THIVOLLE [2], de JAVILLIER [3], de EMBDEN [4]), nous avons adopté la méthode de MACHEBŒUF [5].

Le liquide sulfurique provenant de la minéralisation du produit est introduit dans un tube à centrifuger de 20 à 25 cm³ de capacité et son volume est amené à 6 cm³. Ajouter 2 cm³ d'une solution saturée de nitrate d'ammoniaque et porter le tube au bain-marie bouillant pendant 10 minutes. Ajouter alors 6 cm³ de solution de molybdate d'ammoniaque titré à 5 p. 100 et porter à nouveau au bain-marie bouillant pendant 10 minutes. Laisser refroidir et ajouter en agitant 5 cm³ d'alcool à 95°.

Après dépôt du précipité le liquide est siphonné au moyen d'un tube de verre deux fois coudé et relié, par l'intermédiaire d'un bouchon qu'il traverse, à un filtre de Pregl placé sur une fiole à vide. Au cours de cette filtration, n'entraîner que le moins possible de précipité sur le filtre.

Laver cinq fois le précipité avec, chaque fois, 5 cm³ d'alcool à 50° et siphonner le liquide de lavage après sédimentation du précipité.

Après le cinquième lavage, retirer le filtre de la fiole à vide et le placer sur un Erlenmeyer au moyen d'un bouchon percé de 2 trous; l'un d'eux sera traversé par le filtre, l'autre par un tube relié à une trompe. Le précipité contenu dans le tube est alors dissous dans l'ammoniaque et siphonné. Le précipité retenu sur le filtre est également dissous. Après lavage du tube et du précipité, enlever le filtre sur l'Erlenmeyer, ajouter à la solution de phosphomolybdate 20 cm³ de soude N/25 et porter à l'ébullition pour chasser l'ammoniaque. Après refroidissement ajouter 11 gouttes de phénolphthaléine, 20 cm³ d'acide sulfurique N/25 et verser dans le liquide une solution de soude

N/25 jusqu'à virage au rouge. Attendre 5 minutes, le liquide se décolore. Ajouter alors la quantité suffisante de soude jusqu'à nouveau virage au rouge.

Soit N la quantité de soude employée. La quantité de phosphore contenu dans la prise d'essai est de $N \times 0,0448$ mg.

Calcium.

Nous avons titré le calcium suivant la méthode habituellement employée en biochimie : précipitation à l'état d'oxalate et dosage de l'acide oxalique par le permanganate de potassium après lavage du précipité.

La technique utilisée dérive de celle de GUILLAUMIN [6].

2 à 5 cm³ de liquide, provenant de la dissolution des cendres, sont introduits dans un tube à centrifuger, bien propre, avec 1 goutte de rouge de méthyle. Ajouter 2 cm³ de solution d'oxalate d'ammoniaque, puis, 11 gouttes d'acide acétique pur et alcaliniser jusqu'à virage au vieux rose, par addition ménagée d'ammoniaque. Porter le tube pendant cinq minutes au bain-marie et laisser refroidir pendant une heure. L'oxalate de calcium précipite. Centrifuger, siphonner le liquide surnageant. Laver deux fois le précipité par centrifugation et siphonnage en employant chaque fois 5 cm³ d'eau distillée. Mettre le précipité en suspension dans 2 cm³ d'acide sulfurique N, porter le tube au bain-marie à 80° pendant 10 minutes et titrer l'oxalate par une solution centinormale de permanganate de potassium à l'aide d'une microburette.

1 cm³ de solution centinormale de permanganate correspond à 0,2 mg. de Ca.

Magnésium.

Depuis que BERG a montré l'intérêt que l'on pouvait retirer de l'oxyquinoléine comme réactif en chimie analytique, de nombreux auteurs ont indiqué des techniques de dosage du magnésium au moyen de ce composé. Mais l'exécution des méthodes proposées est souvent très longue, c'est la raison

pour laquelle nous ne les avons pas utilisées et leur avons préféré la technique de MOUSSERON [1], basée sur une précipitation du magnésium à l'état de phosphate ammoniacomagnésien et un dosage de l'ammoniaque dans l'appareil de Parnas et Wagner après redissolution du précipité (1).

Dans un tube à centrifuger, introduire suivant l'ordre :

5 cm³ de liquide provenant de la dissolution des cendres (neutraliser par l'ammoniaque en présence de phénolphtaléine),

1 cm³ de solution de chlorhydrate d'ammoniaque au dixième,

1 cm³ d'ammoniaque à 28° B.,

1 cm³ de solution de phosphate disodique à 1/20°.

Agiter pour mélanger et porter le tube, pendant une demi-heure dans un bain-marie, à une température comprise entre 50 et 60°.

Centrifuger, siphonner le liquide surnageant et émulsionner le culot avec 4 à 5 cm³ d'alcool à 95° à une température de 55°. Porter le tube 10 minutes à la même température. Centrifuger, siphonner et renouveler cette opération jusqu'à ce que l'alcool surnageant ne colore plus le réactif de Nessler (5 lavages à l'alcool sont parfois nécessaires pour obtenir ce résultat).

Dissoudre alors le culot de centrifugation dans quelques gouttes d'acide sulfurique au quart. Transvaser cette solution dans l'appareil de Parnas et Wagner et doser l'ammoniaque après déplacement par la soude et entraînement par la vapeur d'eau, en recevant le distillat dans une solution d'acide sulfurique N/100.

1 cm³ d'acide sulfurique N/100 correspond à 0,243 mg. de Mg.

(1) Notons que, dans le milieu particulier où nous avons dosé le magnésium, le calcium, se trouvant en plus petite quantité que cet élément, ne gêne pas le dosage ; d'ailleurs nous avons vérifié, après isolement du précipité de phosphate ammoniacomagnésien, que le liquide de dissolution ne contenait pas de calcium.

Potassium.

La méthode de A. LEULIER, L. VELLUZ et H. GRIFFON a toujours été utilisée pour ce dosage. Son principe est le suivant : après élimination des sels ammoniacaux, le potassium est précipité à l'état de cobaltinitrite de potassium. Les groupements NO_2 sont ensuite oxydés par une quantité connue de permanganate dont l'excès est dosé par iodométrie.

2 ou 3 cm^3 de liqueur, provenant de la destruction sulfonitrique de la matière, sont introduits dans un tube à centrifuger, additionnés de 2 cm^3 d'eau et de carbonate de lithium en quantité suffisante pour neutraliser la solution. Ajouter 0 cm^3 5 d'acide acétique et 2 cm^3 de solution de nitrite de sodium à 20 p. 100. Porter le tube au bain-marie bouillant pendant 30 minutes. Les sels ammoniacaux sont ainsi décomposés. Après refroidissement ramener le volume à 4 cm^3 . Ajouter alors 1 cm^3 d'acide acétique à 1 p. 100, renfermant 0,25 g. de réactif (1). Agiter. Laisser reposer au moins 30 minutes ; centrifuger, siphonner le liquide surnageant. Laver le précipité 3 fois avec 5 cm^3 du mélange suivant :

Alcool à 95°	120 cm^3
Ether	120 cm^3
Acide acétique ...	40 cm^3
Eau distillée	60 cm^3

(1) Préparation du réactif précipitant. — Dissoudre 150 g. de nitrite de sodium dans 150 cm^3 d'eau chaude. Lorsque le liquide est à 40-50° et qu'il s'est formé déjà des cristaux de nitrite de soude, on ajoute 50 grammes de nitrate de cobalt et peu à peu 50 cm^3 d'acide acétique à 50 %. Agiter vigoureusement et faire passer un courant d'air pendant 30 minutes. Il se forme un précipité brun. Filtrer par décantation après deux heures de repos et, quand le liquide clair est passé, on jette le précipité sur le filtre, on le redissout dans 50 cm^3 d'eau à 70-80°. On filtre de nouveau et on réunit le filtrat à la solution claire primitive. Le volume total est de 300 cm^3 . Peu à peu on ajoute à cette solution 250 cm^3 d'alcool à 96° en agitant. Il se forme un abondant précipité qu'on recueille sur Buchner et qu'on essore à la trompe. On lave 4 fois avec 25 cm^3 d'alcool et deux fois avec 25 cm^3 d'éther. On sèche à l'air. On obtient ainsi 50 à 60 grammes de cobaltinitrite de sodium anhydre.

puis, une fois avec le mélange alcool éther, et une fois avec de l'éther pur. Après évaporation de l'éther, mettre le précipité en suspension dans 5 à 10 cm³ de solution de phosphate de soude à 5 p. 100 et le porter pendant 5 minutes au bain-marie bouillant. Après refroidissement, verser sans perte le liquide d'hydrolyse dans un récipient contenant une solution centinormale de permanganate de potassium et 1 cm³ d'acide sulfurique à 25 p. 100. Attendre 30 minutes. Si la liqueur devenait incolore, ajouter une nouvelle quantité de permanganate. Déterminer l'excès de permanganate par une solution centinormale d'hyposulfite de sodium, après avoir dissous dans la liqueur permanganique quelques cristaux d'iodure de potassium. Soit n la quantité d'hyposulfite utilisée, N celle nécessaire pour décolorer l'iode d'un témoin, la quantité de potassium contenue dans la prise d'essai est de $(N-n) \times 0,065$ mg.

Manganèse.

Pour doser le manganèse nous avons utilisé la méthode colorimétrique mise au point par G. BERTRAND [8] et utilisée également par P. BRUÈRE [9]. Elle est basée sur une transformation du manganèse en permanganate par le persulfate de potassium en présence d'azotate d'argent et en milieu nitrique.

5 cm³ du liquide provenant de la dissolution des cendres sont introduits dans un tube en verre blanc à fond plat, exactement calibré, bouché à l'émeri et jaugé à 10 cm³. Ajouter 2,5 cm³ d'acide azotique pur, puis 5 gouttes de solution d'azotate d'argent à 10 p. 100 et compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée bouillie. Ajouter 0,10 g. à 0,20 g. de persulfate de potassium finement pulvérisé. Boucher le tube, le retourner plusieurs fois pour dissoudre le persulfate et mélanger les liquides. Porter le tube dans un bain-marie chaud (45-50°) dont on élève progressivement la température jusqu'à l'ébullition que l'on maintient 5 minutes. En opérant ainsi la coloration rouge obtenue reste stable.

Pour déterminer la quantité de permanganate formée, prendre un tube rigoureusement identique au précédent ; y introduire

10 cm³ d'eau et verser dans ce tube, goutte à goutte à l'aide d'une microburette, une solution N/100 de permanganate. Retourner le tube après chaque addition et répéter les affusions de permanganate jusqu'à obtention d'une coloration identique dans les deux tubes, les liquides étant examinés suivant l'axe des tubes. L'estimation de l'égalité des teintes se fait toujours à 1 goutte près.

1 cm³ de solution centinormale de permanganate correspond à 0,11 mg. de Mn.

Phosphore lipidique.

Nous avons suivi la méthode mise au point par LEMELAND [10] modifiée par Mme HINGLAIS [11], et qui consiste à extraire les lipoides par l'alcool bouillant, à évaporer l'alcool, à reprendre le résidu par l'éther, puis le benzène, et à doser le phosphore contenu dans le mélange étherobenzénique.

Le produit à traiter sera très finement pulvérisé au préalable. Epuiser dans un Kumagawa, par l'alcool absolu bouillant pendant au moins 12 heures, 3 à 5 grammes du produit, suivant la teneur présumée en phosphore lipidique.

Introduire l'alcool par petites fractions à l'aide d'une petite allonge possédant un bon robinet, dans un ballon de 400 cm³ soigneusement bouché et relié à une trompe donnant un vide d'au moins 20 mm. Placer le ballon au-dessus d'un bain-marie, de telle façon que l'évaporation ne se fasse pas à une température supérieure à 50°. Après évaporation de l'alcool d'épuisement et de l'alcool absolu de lavage du ballon et du Kumagawa, employer 40 cm³ d'alcool absolu pour ce lavage, par fractions de 10 cm³ chaque fois ; immerger le ballon dans l'eau bouillante au bain-marie pendant deux minutes exactement pour chasser toute trace d'eau qui fausserait le dosage. Reprendre le résidu à chaud (1), par l'éther éthylique rigoureusement anhydre et distillé sur sodium, puis, après décantation de

(1) En plaçant le ballon sous un réfrigérant à reflux au-dessus d'une source de chaleur électrique.

l'éther, par du benzène anhydre. Centrifuger les liquides éthérés et benzéniques et les introduire par décantation dans un matras de Kjeldahl. Evaporer cette solution, minéraliser le résidu au moyen du mélange sulfonitrique et doser le phosphore comme il est indiqué plus haut.

Phosphore minéral.

Nous avons utilisé la technique de BELL, DOISY et BRIGGS [12]. 0,50 à 1 gramme de produit exactement pesé est introduit dans un tube à centrifuger. Verser goutte à goutte, en malaxant au début avec un gros agitateur après l'introduction de chaque goutte, 15 cm³ d'acide trichloracétique à 30 % et 5 cm³ d'eau. Filtrer, prélever 3 cm³ du filtrat, qui doit être parfaitement limpide, et les introduire dans un tube à colorimétrie identique à ceux utilisés pour le dosage du manganèse. Ajouter 2 cm³ de la solution suivante :

Molybdate d'ammoniaque .	25 g.
Eau	425 cm ³
Acide sulfurique	75 cm ³

puis 1 cm³ de solution fraîche de sulfite de sodium à 20 p. 100 et 1 cm³ de solution d'hydroquinone à 0,5 p. 100 (contenant 1 goutte d'acide sulfurique pour en assurer la conservation).

Compléter au trait de jauge avec de l'eau et, 30 minutes après, comparer la coloration bleue formée avec celles d'une échelle colorimétrique obtenu de la même façon avec des quantités connues de phosphore (1 - 1,2 - 1,4 - 1,6 - 1,8 - 2... 3 cm³ de solution telle que 2 cm³ contiennent 0 mg. 025 de P.).

Pour les éléments minéraux tous nos résultats sont, sauf indication spéciale, exprimés en milligrammes d'élément pour 100 grammes de substance sèche.

Tous les chiffres représentent la moyenne d'au moins deux déterminations concordantes.

DEUXIÈME PARTIE

Étude des cendres et des matières minérales du grain de blé

I

ÉTUDE DES CENDRES DU GRAIN DE BLÉ.

La détermination des cendres des farines sert, dans tous les pays, à contrôler leur pureté. Les méthodes utilisées dans ce but dans le commerce et en douane ont consacré officiellement ce test, qui doit son importance surtout au fait que sa détermination peut être exécutée avec une grande simplicité et une grande précision. Mais à l'heure actuelle, dans les circonstances exceptionnelles où se trouve la France, circonstances ayant entraîné la nécessité d'imposer un taux d'extraction de 98 %, le taux des cendres des farines se confond avec celui du blé. Aussi, plus que jamais, la connaissance de la teneur en cendres du blé justifie l'importance de cette détermination qui ne peut être bien interprétée que si l'on connaît, d'une part, les limites dans lesquelles cette teneur peut varier et, d'autre part, les facteurs influençant cette variation.

D'autre part, la répartition de ces matières minérales à l'intérieur du grain de blé permet de prévoir, en tenant compte des techniques de mouture employées aujourd'hui, la teneur en cendres des différentes farines.

C'est pourquoi nous envisagerons tout d'abord les limites entre lesquelles varie la teneur en cendres des blés, puis l'influence des divers facteurs sur cette teneur. Nous établirons ensuite les relations qui existent entre les cendres et les autres constituants du grain de blé et nous étudierons l'évolution des matières minérales au cours de la maturation du grain de blé, ainsi que la localisation de ces matières minérales.

CHAPITRE I

TENEUR EN CENDRES DU GRAIN DE BLÉ.

Limite des variations de cette teneur.

De nombreuses études effectuées ont fixé les limites extrêmes entre lesquelles jouait la teneur en matières minérales du grain de blé.

D'après NEUMANN [14], les cendres varient pratiquement entre 1,5 et 2,4 %. Cet auteur pense que certains chiffres extrêmes, signalés parfois dans la littérature et oscillant entre 0,6 et 4,2 %, peuvent être considérés comme tout à fait anormaux et même négligeables. Il estime, au contraire, que la constance de la teneur en matières minérales du grain de blé constitue une base sûre pour des buts analytiques.

H. NURET [15], dans un article auquel nous nous reporterons

souvent (1), admet également ces mêmes chiffres comme valeurs extrêmes parce qu'ils coïncident bien avec les nombreux exemples que cet auteur a eus sous les yeux.

R. GEOFFROY [16] donne pour les blés français des chiffres compris entre 1,50 et 1,60 p. 100 du produit à 15 p. 100 d'humidité, soit : 1,76 à 1,88 p. 100 de produit sec.

Les valeurs extrêmes que nous avons constatées au cours de nos travaux, qui portent sur de nombreux échantillons de blé, sont de 1,52 et 2,52 p. 100 de produit sec. Ce dernier pourcentage n'a été observé qu'une fois et constitue un cas isolé ; nous admettrons donc comme limite des variations de la teneur en cendres du blé les chiffres donnés par NEUMANN.

Facteurs influençant la teneur en cendres.

10) *Sol et amendements* : Il est certain que le sol exerce une influence sur la composition du grain de blé, dont les caractéristiques varient avec la nature du terrain sur lequel se développe la plante. R. GEOFFROY [16] écrit à ce sujet : « Il est connu depuis longtemps que la plaine noire de l'Ukraine et que les vastes étendues déboisées et vierges du Canada, chargées d'humus, produisent les meilleurs blés du monde. » Dans ce cas, l'influence du sol doit s'ajouter à celle des autres facteurs. Pour NEUMANN [14], le blé serait, au point de vue matières minérales, plus sensible que le seigle à l'action des engrais. Mais NEUMANN ne croit pas qu'un blé soit plus riche en matières minérales parce qu'il s'est développé sur un sol plus riche en engrais ; d'après les résultats qu'il donne, les variations susceptibles de se produire seraient irrégulières et ne permettraient pas de conclusions nettes. Par contre, E. MIEGE et G. BRODSKIS [17] ont montré que le milieu pédologique a une profonde répercussion sur la teneur du blé en certains éléments et que la teneur en cendres est moins élevée dans des blés provenant de sols déséquilibrés que dans le même blé fourni

(1) En raison de l'abondance des renseignements qu'il fournit et du grand nombre de références bibliographiques qu'il contient.

par un sol normal. Cependant, les variations indiquées par ces auteurs sont faibles et on peut admettre que, dans la pratique, la constitution du sol n'influe pas d'une façon notable sur la teneur en cendres du grain de blé.

2^o) *Climat* : L'influence du climat serait prépondérante et IVANOFF [18] trouve des teneurs en cendres plus faibles pour des régions humides que pour des régions sèches. Au contraire, P. NOTTIN et A. ALEXEIEVSKY [19] constatent, au cours des examens de blés récoltés en 1938, une relation inverse entre la teneur en cendres et les données météorologiques : « il semble que, dans les départements où les blés sont les plus riches en cendres, on a signalé des pluies, du brouillard ou des temps-couverts entre l'épiage et la moisson. Au contraire, dans les autres départements, ceux dont les blés sont peu minéralisés, cette période de la végétation aurait été plus sèche ».

TABLEAU I

Influence de la variété sur la teneur en cendres et la composition des matières minérales.

<i>Variété</i>	<i>Saissette d'Arles</i>	<i>Tuzelle blanche de Provence</i>	<i>Flèche d'Or</i>	<i>Rietti II</i>
Poids de 1.000 grains ...	31,4	29,88	35,75	30,39
Humidité (g. p. 100) ...	12,15	13,72	11,72	13,00
Cendres (g. p. 100).....	1,94	1,78	1,70	1,54
Matières protéiques	10,13	9,89	10,69	9,59
Phosphore	474	481	432	444
Calcium	86	62	53	74
Magnésium	218	192	134	92
Potassium	611	671	560	565
Manganèse		5,2	3,4	3,5

LECLERC [20] constate également sur un très grand nombre d'échantillons d'origines très diverses, que la teneur en cendres est plus élevée pour les blés provenant de régions à climat humide que pour ceux des régions à climat sec.

Sur l'influence de la température, il nous paraît intéressant de citer l'observation de A. BALLAND [21]. Il a constaté que, pour qu'un blé arrive à maturation, il doit emmagasiner la même somme de chaleur quelle que soit la latitude sous laquelle il se développe. BALLAND détermine cette somme de chaleur en faisant la somme des températures moyennes de chaque jour, depuis le moment où le blé est semé jusqu'au moment où il est fauché. Il trouve ainsi qu'il faut : 2498° et 2432° à Orléansville et 2365° en Normandie.

3°) *Variété* : D'après ALABOUVETTE [22], on donne en France une trop grande importance à ce facteur. Cependant, SCHRUMPF-PIERRON [23] montre que le facteur « variété » a une influence prépondérante sur l'équilibre minéral. Examinant 12 nouvelles variétés hybrides créées récemment en Egypte et cultivées sur un même sol (limon du Nil) et sous un même climat, il constate qu'ils possèdent des teneurs en cendres bien différentes des blés « Hindi » et « Baladi » qui étaient les deux principales variétés cultivées jusqu'alors.

Le tableau I dans lequel nous avons mentionné la teneur en cendres de différentes variétés de blés cultivées, en 1942, dans les champs d'essais de l'Ecole nationale d'Agriculture de Montpellier, sur des parcelles très voisines, indique également que le facteur « variété » a une influence considérable sur la teneur en cendres du grain de blé. En effet, sur les quatre blés examinés, nous avons trouvé un écart pouvant aller jusqu'à

$$\frac{1,94 - 1,54}{1,94} \times 100 = 20,6 \% \text{ du poids des cendres.}$$

Il serait intéressant de voir si la teneur en cendres ne tend pas à s'uniformiser après quelques années de culture de plusieurs variétés différentes sur un même sol. On sait, en effet, qu'un blé importé tend à prendre les caractéristiques des blés de pays.

CHAPITRE II

TENEUR EN CENDRES DES BLÉS DE DIFFÉRENTS PAYS.

D'après un important travail américain de COLEMAN et de ses collaborateurs [25], cité par NURET [15], et portant sur un nombre considérable de blés de toutes les parties du monde (France, Chine et Algérie exceptés), on peut déduire que la valeur moyenne des cendres des blés du monde entier est de 1,82 p. 100. D'après NURET [15], les écarts entre les pourcentages moyens des cendres pour les pays différents seraient, en général, assez peu marqués. Toutefois, les écarts pour chaque pays seraient bien supérieurs aux écarts moyens entre deux pays.

Teneur en cendres des blés de France.

1^o) *Variations avec la récolte* : La teneur en cendres des blés de France a été bien étudiée par P. NOTTIN et A. ALEXEIEVSKY [19]. Ces auteurs ont examiné, au cours de ces dernières années, des blés provenant pour chaque récolte des divers départements de France. Ils ont trouvé en moyenne les chiffres ci-dessous :

TABLEAU II

Récolte 1935	: 1,89
Récolte 1936	: 1,91
Récolte 1937	: 1,99
Récolte 1938	: 1,81

Les variations entre deux années différentes peuvent donc atteindre jusqu'à 10 p. 100 de leur valeur moyenne.

2^o) *Variation avec la région* : D'autre part, A. BALLAND [21] a examiné 138 blés provenant des dix régions agricoles françaises. Des résultats qu'il a trouvés nous avons tiré les renseignements suivants :

	<i>Maximum</i>	<i>Minimum</i>	<i>Moyenne</i>
Cendres	3,33	1,26	1,82

Bien que le nombre des analyses effectuées sur les blés de certaines régions soit trop faible pour qu'on puisse en tirer des conclusions définitives, nous donnons cependant les moyennes trouvées pour chaque région (voir tableau III, page 30).

La teneur en cendres du grain de blé serait donc plus élevée dans les régions méridionales (Sud-Ouest - Sud - Sud-Est et Corse) que dans les autres régions et, en particulier, la région Nord-Est. Ces résultats sont en accord avec ceux constatés par P. NOTTIN et ALEXEIEVSKI. En 1938, ces auteurs avaient trouvé, comme moyenne pour toute la France, le chiffre de 1,81, alors que la teneur moyenne en cendres des blés de la région méditerranéenne était de 1,96, chiffre notablement plus élevé.

Blés de la région du Sud de la France.

Parmi les différents blés que nous avons examinés, nous avons choisi 104 échantillons provenant des départements ci-après : Aveyron, Hérault, Tarn, Aude, Pyrénées-Orientales, Lozère et quelques-uns provenaient de la Haute-Garonne.

Nous n'avons trouvé *aucune relation entre le poids spécifique et la teneur en cendres*. La valeur moyenne de la teneur en cendres a été trouvée égale à 1,98 %.

Cette teneur en cendres, se répartissant entre 1,53 et 2,52, se trouve donc dans les limites fixées par NEUMANN. Rappelons que le maximum observé, 2,52, correspond à un fait isolé se

Numéro de la région (1)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Poids de 100 grains	3.99	4.24	3.65	4.64	4.72	3.92	4.51	3.92	5.16	4.24
Cendres de 100 grammes de substance sèche	1.93	1.86	1.50	1.88	1.82	1.82	2.36	1.93	1.99	1.99
Cendres de 100 grains	0.066	0.068	0.051	0.075	0.073	0.064	0.091	0.065	0.089	0.073
Azote de 100 grains	0.38	0.42	0.37	0.45	0.45	0.38	0.46	0.43	0.48	0.45
Nombre de blés examinés	2	62	17	6	27	12	3	2	3	4

(1) Au moment où BALLAND a écrit son ouvrage la France était divisée en 10 régions agricoles ; chacune d'elles comprenait les départements ci-après :

- 1^{re} région : *NORD-OUEST* : Finistère, Côtes-du-Nord, Morbihan, Ille-et-Vilaine, Manche, Calvados, Orne, Mayenne, Sarthe.
- 2^e région : *NORD* : Nord, Pas-de-Calais, Somme, Seine-Inférieure, Oise, Aisne, Eure, Eure-et-Loir, Seine-et-Oise, Seine, Seine-et-Marne.
- 3^e région : *NORD-EST* : Ardennes, Marne, Aube, Haute-Marne, Meuse, Meurthe-et-Moselle, Vosges, Haut-Rhin.
- 4^e région : *OUEST* : Loire-Inférieure, Maine-et-Loire, Indre-et-Loire, Vendée, Charente-Inférieure.
- 5^e région : *CENTRE* : Loir-et-Cher, Loiret, Yonne, Indre, Cher, Nièvre, Creuse, Allier, Puy-de-Dôme.
- 6^e région : *EST* : Côte-d'Or, Haute-Saône, Doubs, Jura, Saône-et-Loire, Loire, Rhône, Ain, Haute-Savoie, Savoie, Isère.
- 7^e région : *SUD-OUEST* : Gironde, Dordogne, Lot-et-Garonne, Landes, Gers, Basses-Pyrénées, Hautes-Pyrénées, Haute-Garonne, Ariège.
- 8^e région : *SUD* : Corrèze, Cantal, Lot, Aveyron, Lozère, Tarn-et-Garonne, Tarn, Hérault, Aude, Pyrénées-Orientales.
- 9^e région : *SUD-EST* : Haute-Loire, Ardèche, Drôme, Gard, Vaucluse, Basses-Alpes, Hautes-Alpes, Bouches-du-Rhône, Var, Alpes-Maritimes.
- 10^e région : Corse.

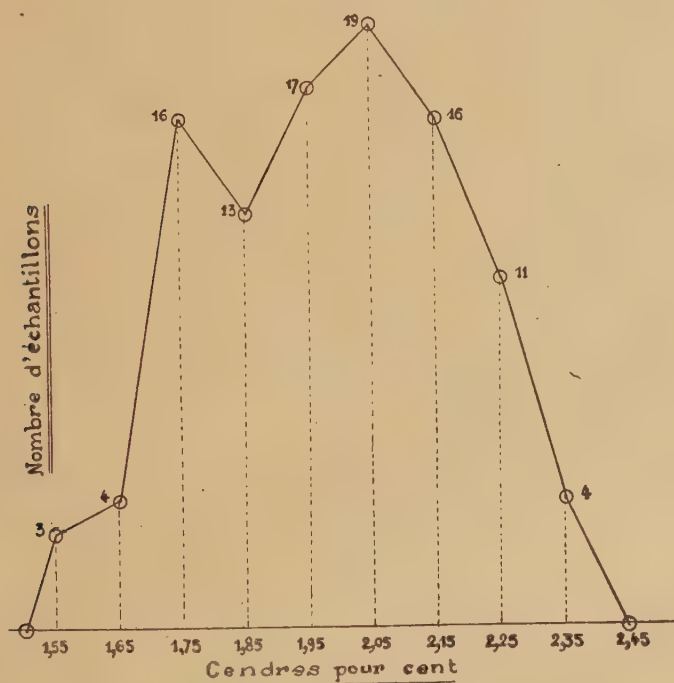
détachant des autres résultats obtenus. Ils se répartissent ainsi :-

17 blés, soit : 16,34 p. 100, ont une teneur en cendres supérieure à 2,20
35 blés, soit : 33,55 p. 100, ont une teneur en cendres comprise entre 2,20 et 2.

28 blés, soit : 26,93 p. 100, ont une teneur en cendres comprise entre 1,80 et 2

21 blés, soit : 20,19 p. 100, ont une teneur en cendres comprise entre 1,80 et 1,6

3 blés, soit : 2,90 p. 100, ont une teneur en cendres inférieure à 1,60.



La courbe ci-dessus, qui est analogue à un polygone de fréquence, représente nettement ces variations. Le mode de la courbe, pour employer le langage des biométriciens, se trouve donc aux environs de 2,05. Cette courbe est relativement

peu étalée puisque les limites extrêmes subissent un écart de :

$$\frac{2,55 - 1,50}{2,55} \times 100 = 41,1 \%$$

Cette courbe présente deux sommets, mais ces deux sommets sont assez rapprochés et la présence du deuxième sommet (teneur en cendres voisine de 1,75) nous paraît être dû au fait que nos examens ne portent pas sur un nombre suffisant d'échantillons. Nous ne pousserons pas plus loin ce raisonnement, car si nos échantillons viennent tous d'une même espèce, *Triticum sativum*, ils contiennent un nombre sûrement très grand de variétés ou d'hybrides de variétés.

CHAPITRE III

RAPPORTS EXISTANT ENTRE LA TENEUR EN CENDRES ET DIVERSES CARACTÉRISTIQUES D'UN BLÉ.

Relation entre le poids d'un grain et sa teneur en cendres.

Connaissant la teneur centésimale en cendres d'un blé et le poids de ses grains, on peut en déduire la quantité de cendres contenue dans chaque grain. Ce mode de présentation des résultats n'est presque jamais utilisé. Cependant il nous a semblé qu'il permettrait de tirer des conclusions que ne donne pas la composition centésimale des grains. Nous avons alors entrepris une étude systématique de la composition minérale du grain de blé ; mais comme la teneur en cendres d'un seul grain de blé donnerait des chiffres trop faibles, nous avons préféré rapporter à 1.000 grains les éléments de cette constitution minérale.

Avec les blés que nous avons examinés, on trouve que :

1^o) après dessiccation, 1.000 grains de blés pèsent en moyenne 33 grammes ;

2^o) ils contiennent en moyenne 0,65 g. de matières minérales, soit environ le 1/50^e de leur poids ;

3^o) les chiffres extrêmes sont 0,86 et 0,40. Les autres se répartissent comme suit :

TABLEAU IV

Nombre d'échan- tillons	Teneur en cendres de 1.000 grains	Valeur moyenne des cendres de 1.000 grains	Poids moyen de 1.000 grains	Poids moyen de 1.000 grains secs	Cendres en gr. p. 100
10	supérieure à 0,8	0,83	45,3	39,2	2,15
21	comprise entre 0,8 et 0,7	0,74	42,3	36,4	2,07
43	— — 0,7 et 0,6	0,64	37,2	31,8	2,01
24	— — 0,6 et 0,5	0,553	35,2	30,6	1,84
6	inférieure à 0,5	0,46	33,1	28,6	1,68

De l'examen de ce tableau, on peut conclure :

1^o) *plus un grain est riche en cendres, plus il est lourd ;*

2^o) *plus un grain est lourd, et plus sa substance contient une forte proportion de matières minérales.*

En conséquence, ce tableau montre que l'on peut évaluer la teneur en cendres d'un blé, par la seule connaissance du poids des 1.000 grains.

Enfin, il offre une application intéressante au point de vue médical et pharmaceutique. De nombreuses farines alimentaires ou de régime ou des produits à base de farine intégrale de blé sont préparés dans le but de livrer à l'organisme un aliment particulièrement riche en matières minérales. Il conviendrait alors d'exiger pour la préparation de ces farines des blés dont le poids des 1.000 grains soit suffisamment élevé.

Relations

entre la teneur en azote et la teneur en cendres du blé.

Sur un certain nombre de blés, (41) parmi les 104 cités, nous avons déterminé la teneur en azote total. Le tableau V montre qu'il y a également un parallélisme entre la teneur en cendres des grains et leur richesse en azote.

TABLEAU V

<i>Poids moyen</i>	<i>Teneur en cendres</i> (en grammes pour 1.000 grains)	<i>Teneur en matières protéiques</i>
43,3	0,84	4,96
45,1	0,75	4,73
37,5	0,65	4,11
36,1	0,55	3,68

Ainsi donc, non seulement un gros grain de blé apportera à un régime une plus forte quantité de matières minérales, mais encore il élèvera sa teneur en matières protéiques. Il apparaît donc qu'il conviendrait de tenir compte de ces faits dans le choix des blés destinés à la fabrication des farines de régime, surtout pour les farines destinées à l'alimentation des jeunes enfants. D'ailleurs, OSBORNE et MENDEL [26-27-28] ont montré que le gluten (et surtout la glutenine) ajouté à un régime permet à lui seul une croissance normale.

D'autre part, du point de vue biologique, la relation entre la teneur en cendres, en azote et le poids des 1.000 grains conduit à une autre conclusion : ou bien la migration de substances azotées de la plante vers la graine se fait toujours avec une certaine quantité de matières minérales, ou bien, ce qui nous paraît possible, la synthèse de ces matières azotées dans la graine est catalysée par les matières minérales.

Dès lors, il nous paraît logique de conclure qu'il serait néces-

saire de favoriser la migration de matières minérales vers la graine, ce qui aurait pour conséquence :

1^o) de favoriser l'augmentation du poids des grains, d'où élévation du rendement ;

2^o) d'augmenter la teneur en azote du blé, d'où amélioration de la qualité.

Nous avons vu plus haut qu'une humidité élevée entre l'épiage et la moisson élève la teneur en cendres du blé. Or, comme l'irrigation agirait de même (IVANOFF cité par H. NURET) il y aurait intérêt, dans les années de sécheresse, à irriguer un blé pendant la maturation du grain.

CHAPITRE IV

ÉVOLUTION DES CENDRES DU GRAIN DE BLÉ AU COURS DE LA MATURATION.

On doit à BALLAND [21] une intéressante contribution à l'étude de cette question. Nous reproduisons, dans le tableau VI, les résultats qu'il a donnés, en les complétant par la teneur en cendres de 1.000 grains. Le calcul effectué par nous apparut nécessaire, la présentation des résultats, telle que l'a donnée BALLAND, pouvant entraîner à des interprétations erronées. La teneur en cendres rapportées à la substance sèche diminuant à partir d'un certain degré de maturation, il paraîtrait logique d'admettre une migration des matières minérales du fruit vers la plante. Le mode de présentation que nous avons adopté montre que c'est le contraire qui se produit et que, au cours de sa croissance, le grain de blé s'enrichit nettement en matières minérales. Seul, parmi les types cités par BALLAND, le blé D

perd, au cours des cinq derniers jours de la maturation, une faible partie de ses matières minérales. Nos recherches sur ce même point nous ont permis d'observer un phénomène analogue (voir tableau VII, page 37).

TABLEAU VI

(établi d'après les observations de BALLAND).

Date du Prélèvement	Poids des 1000 grains.	Poids des 1000 grains secs	Cendres en g. p. 100 de substance sèche	Cendres des 1000 grains
Blé A				
23 juin	13,8	3,7	0,00	0,00
2 juillet	29,9	9,6	1,95	0,18
23 juillet	61,0	32,6	2,03	0,67
1 ^{er} août	45,5	40,3	2,08	0,83
Blé B				
4 juillet	35,2	10,6	2,35	0,24
1 ^{er} août	36,7	32,4	1,57	0,51
Blé C				
28 juin	8,7	1,8	3,09	0,055
8 juillet	34,2	16,1	2,78	0,45
21 juillet	42,0	23,1	2,57	0,59
2 août	38,4	33,2	2,23	0,74
Blé D				
23 juin	26	9,6	1,94	0,19
3 juillet	51,8	25,8	2,08	0,54
13 juillet	66,0	41,9	2,20	0,92
18 juillet	49,8	43,3	1,98	0,86

Mais il convient de noter que la migration des matières minérales, de la plante vers le grain, se produit simultanément avec l'accroissement du grain ; il existe donc, sinon une proportionnalité rigoureuse, du moins un parallélisme très net entre la teneur du grain en matières sèches et sa teneur en cendres.

Il est remarquable que cette migration se poursuive alors qu'il n'y a plus qu'une très faible quantité d'eau dans le grain, quantité même très inférieure à 40 % (comprise entre 31,6

Maturation du blé Vilmorin 23 × Garnett

Date	12 juin						18 juin	25 juin
	<u>Laitéuse</u>	<u>Pâteuse</u>	<u>Ferme</u>					
Consistance								
Humidité (g. p. 100)	51,9	46,1	38,1		35,3		14	
Poids de 1.000 grains	57,4	55,5	49,5		52,8		41,09	
Poids de 1.000 grains secs	27,6	30,9	30,64		34,21		35,37	
Cendres (en g.)	2,03	0,552	1,88	0,580	1,92	0,588	0,649	0,622
Matières protéiques (en g.)	10,25	2,82	9,46	2,92	10,1	3,09	3,106	4,209
Phosphore (en mg.)	385	106	383	118	365	111	133	124
Calcium	52,6	14,5	50,8	15,6	45,9	14,06	13,8	—
Magnésium	176	48,5	154	47,6	154	47,1	49,6	49,1
Potassium	627	173	528	163	548	167	180	181
Manganèse	3,83	1,05	3,36	1,03	3,36	1,03	1,21	1,26

et 10,8 pour le blé A). Le même fait se produit pour les matières azotées. En effet, si nous prenons le blé A de BALLAND comme exemple, on constate, toujours d'après les données de l'auteur, que la teneur en gluten de 1.000 grains passe de 7,98 à 14,7 entre le 23 juillet et le 1^{er} août, alors que parallèlement l'humidité décroissait de 34,9 à 11,3 g. %.

Nous avons utilisé, au cours de l'été 1942, des échantillons. d'un blé hybride, non encore inscrit au Catalogue et résultant d'un croisement de variété « Garnett » et du « Vilmorin 23 », type cultivé dans un champ d'essais de l'Ecole nationale d'Agriculture de Montpellier.

Nos prélèvements ont été effectués à trois reprises : du 12 au 25 juin. Le 12 juin, tous les grains de blé étaient déjà formés mais leur amande se présentait sous trois états de maturation différente : *laiteuse*, *pâteuse*, *ferme*, d'où un triage préalable et la constitution de trois lots correspondant à chacun de ces trois degrés de maturation.

Les grains comptés, séparés de leur épi ont été ensuite desséchés partiellement à l'étuve jusqu'à ce qu'ils aient acquis une consistance très dure. Ils ont été ensuite finement pulvérisés et une partie aliquote a été prélevée en vue de déterminer l'humidité totale. Sur la même prise d'essai nous avons ensuite effectué toutes les autres déterminations dont les résultats sont mentionnés dans le tableau VII. L'humidité décroît nettement de l'état pâteux à l'état ferme, ce qui pouvait être aisément prévu. Pendant les derniers jours de la maturation, chaque grain de blé reçoit la plus grande quantité de matières azotées. Mieux encore, pendant les huit derniers jours de la maturation du blé, l'augmentation de la teneur en matières fixes de chaque grain est due presque uniquement à un apport de matières azotées. Entre le 18 et le 25 juin, on relève en effet :

1^o) Augmentation des matières fixes de 1.000 grains :
35,37 — 34,21 $\cong$ 1,16.

2^o) Augmentation des matières azotées de 1.000 grains :
4,209 — 3,106 = 1,103.

Dès lors, que faut-il penser de l'affirmation de R. GEOFROY [29] lorsqu'il dit : « La synthèse des protéines est évi-

demment conditionnée par l'humidité du grain et, si elle s'abaisse au-dessous de 40 %, le transport des matières azotées de la plante vers le grain ne peut plus s'effectuer. » Il se pourrait que cette interprétation erronée soit imputable au fait que les auteurs rapportent la teneur en matières azotées à 100 g. de substance sèche et non pas à l'unité morphologique : le grain de blé.

CHAPITRE V

RÉPARTITION DES CENDRES A L'INTÉRIEUR DU GRAIN DE BLÉ.

Cendres de l'enveloppe.

Pour étudier la répartition des cendres à l'intérieur du grain de blé il est nécessaire d'en isoler les différentes parties. On sait que le grain de blé peut être divisé en deux parties principales : l'enveloppe et l'amande, à laquelle s'ajoute le germe. L'amande et le germe fournissent la farine, et l'enveloppe correspond aux sons. Il semblerait, dans ces conditions, qu'il soit aisé d'étudier la répartition des matières minérales en prenant ces deux produits : les sons ou repasses et la farine. Mais, ainsi que le dit LAPICQUE [30], ni le son, ni la farine ne sont deux espèces de matières définies par la Nature. Malgré les remarquables perfectionnements de sa technique, la meunerie ne peut obtenir de séparation complète des deux parties du grain de blé : l'amande et les téguments. Il est alors nécessaire de recourir à un artifice pour les isoler. A. GIRARD [31] a donné une technique de séparation que nous avons suivie, malgré les difficultés qu'elle présente et le travail minutieux qu'elle nécessite.

1°) *Isolement de l'enveloppe* : Son principe est basé sur le décollement, entre l'ensemble des téguments du fruit, des téguments de la graine et de l'assise protéique d'une part, et de l'albumen d'autre part, sous l'influence d'une humidité prolongée.

Un clivage s'établit en effet, d'une façon presque totale, entre la première assise de l'albumen et l'assise protéique. Ce clivage détermine alors une séparation mécanique totale de l'albumen entraînant le germe et de tous les éléments tégumentaires intéressant les parois carpellaires et les téguments de la graine jusqu'à l'assise protéique.

Nous n'en regrettons pas moins de n'avoir pu séparer le péricarpe du caryopse et les téguments de la graine. Cette séparation est réalisable suivant une autre technique de A. GIRARD, mais cette technique, utilisant une lessive alcaline, n'est applicable qu'au dosage du bloc des matières minérales ; elle est inopérante pour l'étude de la composition détaillée des cendres.

150 à 200 grains sont nécessaires pour étudier la répartition et la composition des matières minérales dans la masse du grain. Ces grains sont pesés puis immergés (1) dans de l'eau distillée et abandonnés au contact de celle-ci pendant un temps qui, suivant la dureté du grain, peut varier de 3 à 6 jours.

L'immersion est prolongée jusqu'à ce que l'amande, imprégnée d'eau dans toute sa masse, ait acquis un commencement de plasticité sans cependant être passée à l'état de bouillie ; il est donc nécessaire de faire chaque jour des essais de décortication.

Pour cette opération, chaque grain mouillé est, à l'aide d'un bon scalpel bien aiguisé, sectionné suivant le sillon et séparé en ses deux lobes. Couché alors sur une surface lisse et retenu à l'aide d'une aiguille, chaque lobe est fouillé à l'aide d'une mince lame en buis à bout arrondi, bien aiguisée sur les bords

(1) Nous ajoutons, après chaque pesée, un cristal de thymol au mélange pour éviter toute fermentation ainsi que l'envahissement par les moisissures.

Nom de la variété utilisée	Poids de 100 grains	Partie examinée	Poids contenu dans 100 g. de blé	Cendres	Phosphore	Calcium	Magnésium	Potassium	Manganèse
Florence Aurore type Manouba	41	blé enveloppe amande	13,32 86,68	1,51	334	57	148	477	3,97
				7,36	1726	243	724		12,7
				0,59	121	28	59		2,62
Algérie Variété région Nemours	32,9	blé enveloppe amande	15,62 84,38	1,41	238	60	102	484	3,47
				4,50	1090	234	577	1740	14,3
				0,86	80	27	15	251	1,46
Tuzelle de Provence	34,09	blé enveloppe amande	16,87 83,13	1,96	410	41	146	702	3,97
				5,65	1350	170	433	2590	12,9
				1,20	219	15	87	318	2,16
Canada Manitoba	25,5	blé enveloppe amande	15,72 84,28	1,63	410	40	156	550	4,14
				5,55	1280	170	654	1050	15,6
				0,89	247	16	63	456	2,03
X	37,5	blé enveloppe amande	13,6 86,4	1,87	410	42	131	518	4,12
				7,36					
				0,59					
X	34,7	blé enveloppe amande	17 83	1,91	481	61	94	591	4,43
				6,82					
				0,90					
Moyennes		blé enveloppe amande	15,35 84,65	1,71	345	49	138	579	3,88
				6,20	1361	202	597	1790	13,8
				0,84	167	21	56	341	2,06

et maintenue toujours mouillée. Chaque lobe est ainsi débarassé peu à peu de la masse farineuse et demi-plastique dont il est rempli. En général, cette masse s'élimine presque en totalité, d'un seul coup. On cure soigneusement la coquille formée par l'enveloppe de façon qu'elle soit nette et propre.

On ne réussit pas toujours ce curetage et il est nécessaire de compter le nombre de grains correspondant aux opérations bien réussies et de rejeter les autres.

Il ne reste plus alors qu'à sécher les enveloppes à 100° et à les peser après cette opération.

L'humidité du blé utilisé ayant été déterminée à l'avance il est facile de calculer le pourcentage d'enveloppes de ce blé sec.

Après séchage et pesée, les enveloppes sont finement broyées et l'analyse effectuée suivant les techniques déjà décrites. La prise d'essai peut être dans ce cas considérablement réduite en raison de la haute teneur de ces enveloppes en matières minérales et des techniques de microanalyse que nous utilisons.

Nous avons vérifié que, pendant l'immersion, il ne diffusait pas de matières minérales dans le milieu extérieur, tout au moins de façon sensible. Voici le résultat d'un de nos essais :

150 grains de blé sont mis à macérer dans l'eau. Après 5 jours, de macération, le tout est passé sur une étamine et les grains sont lavés à l'eau. Les liquides réunis dans une capsule tarée sont évaporés et l'extrait sec calciné. Le poids des cendres est de 0 g. 0445. Donc, le poids des cendres contenues dans 150 grains de blé étant de 2,32, le pourcentage des cendres ayant diffusé est de 0,029 % par rapport à la masse totale et de 1,9 % par rapport aux cendres.

D'autre part, après chaque essai, nous avons vérifié, au moyen de l'eau iodée, l'absence d'amidon dans la poudre obtenue après broyage des enveloppes.

20) *Pourcentage d'enveloppes contenues dans le grain de blé.*
D'après A. GIRARD [31], il serait en moyenne de 14,36, en admettant une hydratation égale dans les différentes parties du grain de blé. A. GIRARD et E. FLEURENT ont ensuite corrigé ce chiffre et admettent que le pourcentage d'enveloppes contenu

dans le grain de blé est en moyenne de 15,56. Nous avons opéré sur 6 blés différents. De nos résultats réunis dans le tableau VIII on peut déduire que le pourcentage moyen d'écorce contenu dans le blé sec est de 15,35.

3^o) *Cendres de l'enveloppe et leur rapport avec les cendres du grain de blé* : D'après A. GIRARD [31], la teneur en cendres de l'écorce serait de 4,70 p. 100. Cette teneur est donc nettement supérieure à celle du blé entier et l'on peut dire que c'est surtout dans l'écorce que se localisent les matières minérales du grain de blé.

R. GEOFFROY [16] fait remarquer que le pourcentage de matières minérales de l'enveloppe, indiqué par A. GIRARD, paraît faible car les sons industriels renfermant encore 15 à 20 % de farine adhérente, laissent par incinération 6,5 p. 100 de cendres. Mais il ne faut pas oublier cependant qu'une partie du péricarpe, partie relativement pauvre en cendres, est éliminée au cours de la mouture, ce qui élève la teneur en matières minérales du son, le *péricarpe* étant assez pauvre en cendres. A. GIRARD a d'ailleurs exploité ce fait pour récolter le péricarpe en vue de son analyse. Cependant, nous pensons également que le chiffre de 4,70 trouvé par A. GIRARD est faible. Les résultats trouvés au cours de nos propres expériences sont nettement plus élevés et, d'après nos essais, la teneur en cendres des enveloppes du grain de blé est en moyenne de 6 g. 20 p. 100. Or, comme la teneur moyenne des cendres des blés utilisés pour cette étude est de 1 g. 71 p. 100 et que, ainsi que nous l'avons vu, la quantité d'enveloppes contenue dans ces blés (secs) est de 15,35 p. 100, on peut en déduire que la *quantité de cendres contenues dans les enveloppes est donnée par la formule* :

$$\frac{15,35 \times 6,20}{100} = 55 \text{ centièmes ou le } 11/20^{\text{e}} \text{ des matières minérales du blé.}$$

1,71

Cendres. de l'amande.

1^o) *Teneur moyenne en cendres* : En dehors des téguments les matières minérales sont réparties dans l'amande et le germe

que nous ne dissociérons pas, parce que cet ensemble correspond à la partie du grain de blé qui devrait théoriquement former la farine et parce que le poids du germe ne représente qu'une faible partie du poids du grain. Ainsi que nous venons de le voir, cet ensemble constitue en moyenne les 84,65/100^e du poids du grain. Il s'ensuit que si p est la teneur en cendres du blé, la teneur en cendres de 100 g. d'amande, y compris le germe, sera :

$$100 \times \frac{p - \frac{11 p}{20}}{84,65} = 100 \times \frac{9 p}{20 \times 84,65} = 0,532 p.$$

Si nous adoptons comme valeur moyenne de p le chiffre de 1,98, qui est la valeur moyenne des blés que nous avons utilisés, la teneur centésimale des cendres de l'amande sera de $1,98 \times 0,532 = 1,053$. Cette teneur paraît excessive si on la compare à celle citée maintes fois par les auteurs en l'attribuant à A. GIRARD. Ils admettent, en effet, une teneur en cendres voisine de 0,32 %.

Le calcul suivant montre qu'il ne peut en être ainsi. En effet, si l'on admet les chiffres ci-dessous extraits de l'article de H. NURET [15] :

Teneur en cendres

Ecorce	14,36 % du poids du grain	4,70
Germe	1,43 % du poids du grain	5,30
Amande	84,21 % du poids du grain ...	0,32

on peut effectuer les calculs suivants :

1^o) Quantité de cendres apportées par les enveloppes de 100 g. de blé :

$$\frac{14,36 \times 4,70}{100} = 0,675$$

2^o) Quantité de cendres apportées par les germes de 100 g. de blé :

$$\frac{1,43 \times 5,30}{100} = 0,075$$

3^o) Quantité de cendres apportées par les amandes de 100 g. de blé :

$$\frac{84,21 \times 0,32}{100} = 0,267$$

100 g. de blé contiendraient donc en moyenne 1,017 g. de cendres. Or, nous avons vu qu'il est loin d'en être ainsi. On peut donc en conclure que les cendres de l'amande sont beaucoup plus fortes que 0,30 g. p. 100.

Enfin, de l'examen du tableau VIII il résulte que, si la teneur en cendres de l'écorce varie considérablement d'un blé à un autre, ce n'est pas uniquement sur cette enveloppe que portent ces variations, et la teneur en cendres de l'amande n'est pas plus constante. C'est l'amande qui accuse les variations les plus grandes : ainsi dans six types de blé que nous avons examinés, les chiffres extrêmes trouvés sont très éloignés : 0,59 et 1,20. La valeur moyenne des cendres de l'amande est de 0,84 p. 100 (moyenne arithmétique des teneurs en cendres des six blés étudiés).

L'écart considérable trouvé entre la teneur en cendres de l'amande et de l'enveloppe montre l'influence que peut avoir l'introduction d'une quantité, même minime, d'enveloppes du grain de blé dans la farine, sur la teneur en cendres de celle-ci.

2^o) *Répartition des cendres à l'intérieur de l'amande* : Pour étudier la répartition des matières minérales à l'intérieur de l'amande du grain de blé, il paraîtrait logique de procéder à une usure progressive et régulière du grain de blé et de recueillir au fur et à mesure la poussière ou les gruaux obtenus. Le procédé François de mouture du grain de blé permettrait d'aboutir de façon assez satisfaisante à ce résultat. Ce procédé, très simple dans son principe, consiste en effet à introduire le blé dans un caisson tournant, ovale, recouvert d'un enduit abrasif non toxique et d'usure pratiquement négligeable. Pendant la rotation du caisson les grains de blé s'usent en frottant les uns contre les autres et contre les parois du caisson. La poussière (farine ou issues) obtenue par cette usure est aspirée par un courant d'air (voir, pour plus de détails, G. MARTIN-

CHARPENEL [33]. On pourrait, en faisant des prélèvements périodiques, isoler ainsi les diverses parties du grain de blé, de la périphérie (enveloppes) au centre.

Nous avons eu l'espoir d'effectuer des essais avec les produits de mouture obtenus au moyen de ce système. Les circonstances ne nous l'ayant pas permis, nous avons dû, comme tous nos devanciers, étudier la répartition des cendres du blé dans l'amande en opérant sur les produits de mouture du blé, produits de mouture obtenus dans un moulin à cylindres.

On sait, en effet, que dans les moulins à cylindres le blé est écrasé par plusieurs passages entre des cylindres cannelés (broyeurs), puis entre des cylindres lisses (convertisseurs). Le grain de blé passant dans les premiers broyeurs est d'abord écrasé, fendu suivant son sillon ; puis l'amande est curée de sa substance, progressivement du centre jusque vers la périphérie. Ce processus opératoire libère donc, indépendamment des parties résistant à l'écrasement, d'une part une petite quantité de farine et, d'autre part, des gruaux plus ou moins vêtus, suivant que l'on s'adresse aux produits des premiers ou des derniers broyages.

Dès lors, si après chaque broyage les produits sont recueillis et soumis à un tamisage sévère, on obtient une série de farines correspondant aux différentes régions de l'amande.

Nos déterminations ont porté sur la farine obtenue dans un moulin de laboratoire (1) en opérant sur 1 kilog de blé.

Nous avons utilisé :

- a) des farines provenant de 5 broyages successifs ;
- b) la farine obtenue par désagrégeage des sons et correspondant à la partie de l'amande adhérente aux sons après broyage ;
- c) la farine de convertissage, soit le produit résultant du convertissage des gruaux (2). Pour l'étude de la localisation

(1) Pour plus de renseignements sur le mécanisme de la mouture du blé, voir Intendant LEY, *Cours des Subsistances de l'Ecole supérieure de l'Intendance*, t. II, Leconte, imprimeur-édit., Marseille, 1941.

(2) Cinq passages ont été effectués.

Répartition des cendres et composition des matières minérales dans les divers produits de mouture.
Mouture portant sur 1 kilog de blé.

Produit examiné	Rendement	Humidité	Cendres	Matières protéiques	Phosphore	Calcium	Magnésium	Potassium	Manganèse	Phosphore lipidique
Farine de premier broyage ...	30	13,8	0,36	8,37	108	16	20	130	0,58	10,9
Farine de deuxième broyage.	32	13,5	0,49	8,72	120	17	24	149	0,63	10,4
Farine de troisième broyage.	53	11,8	0,53	9,50	115	18	22	151	»	7,8
Farine de quatrième broyage	39	13,6	0,52	10,2	119	20	21	156	0,51	»
Farine de cinquième broyage	58	13,6	0,61	10,8	133	20	21	219	0,84	9,9
Farine de désagréage	41	13,6	1,14	11,4	244	30	74	346	1,94	13,9
Farine de convertissage	245	13,4	0,53	9,47	142	20,9	20	139	0,90	14,1
Blé			1,91	12,3	481	61	94	591	4,4	15,6

des cendres, ce sont surtout les cinq premiers échantillons qui nous ont paru intéressants.

De l'examen des résultats mentionnés dans le tableau IX, il résulte *que la teneur en cendres va en augmentant, du centre à la périphérie de l'amande*. Si l'on tient compte des chiffres cités précédemment pour la teneur en cendres de l'amande totale et des chiffres indiqués dans le tableau IX, *il semble que les couches situées à l'extrême périphérie de l'amande soient très riches en cendres*. On constate, d'autre part, *un parallélisme entre la teneur en cendres et la teneur en matières protéiques* qui, elles aussi, se trouvent en plus grande quantité à la périphérie de l'amande. Mais il n'y a pas de proportionnalité entre ces deux valeurs. Dans l'amande, la teneur en matières protéiques s'élève bien plus rapidement que la teneur en cendres, du centre vers la périphérie. En cela nos chiffres concordent parfaitement avec ceux donnés par E. FLEURENT [32], qui a dosé le gluten sur les différents produits de mouture du grain de blé.

II

ÉTUDE DE QUELQUES ÉLÉMENTS MINÉRAUX CONTENUS DANS LE GRAIN DE BLÉ.

(Phosphore - Calcium - Magnésium - Potassium - Manganèse)

CHAPITRE I

ÉTUDE QUALITATIVE ET LIMITE DES VARIATIONS OBSERVÉES.

La minéralisation du grain de blé atteint une telle complexité que les progrès de la chimie analytique permettent, périodi-

quement, d'y découvrir et parfois même de doser tel ou tel élément jusqu'alors inconnu.

Ces recherches n'ont pas seulement une valeur purement spéculative. Les travaux de G. BERTRAND ont montré souvent l'intérêt qu'il y avait à connaître exactement le besoin d'une plante en un de ces infiniment petits biologiques susceptibles d'être apportés par des engrais appropriés. Ils en ont fixé les doses maxima, évitant ainsi d'en faire parfois des éléments toxiques pour la plante.

Mais si la mise en évidence de ces éléments oligosynergiques ne modifie pas sensiblement nos connaissances sur l'importance relative de chacun des principaux éléments faisant partie des cendres des végétaux, les progrès de la chimie analytique montrent que bien des chiffres, reproduits dans de nombreux ouvrages, sont inacceptables. Les recherches modernes ont révélé les erreurs commises en dosant certains éléments sur les cendres. On sait, en effet, que certains éléments, considérés pourtant comme fixes, sont volatilisés partiellement au cours d'une minéralisation, même faite à température relativement basse. Tel est le cas du soufre et du phosphore. G. BERTRAND et L. SILBERSTEIN [34] donnent à ce sujet des renseignements particulièrement frappants : « Il a été fait, depuis plus d'un « siècle, un nombre assez élevé de déterminations de soufre « et de phosphore dans le grain et dans la farine de blé. mais, « presque toujours, c'est en opérant sur les cendres qu'on « a effectué ces déterminations, les pertes en métalloïdes et « surtout en soufre ont été considérables, des expérimentateurs « habiles, comme LIEBIG, BIBRA, PETZ-HOLDT, BICHON, WILL « et FRESÉNIUS, BOUSSINGAULT, WOLFF ont trouvé moins d'un « décigramme et même seulement 2 ou 3 milligrammes de « soufre par kilogramme de grains, alors qu'il y en a, d'après « nos expériences, 1 g. 1/2 et davantage. »

Ce que disent G. BERTRAND et L. SILBERSTEIN pour le soufre et le phosphore est applicable à bien d'autres éléments. C'est ainsi que G. WANHEMS [37] signale des pertes en potassium lorsqu'on effectue le dosage de ce métal après minéralisation par voie sèche.

Cependant si B. SULLIVAN et HOWE [35] admettent la volatilisation d'une certaine quantité de potassium au cours de la minéralisation par voie sèche, ils rejettent les pertes en phosphore. Nous avons tenu à nous rendre compte de la valeur possible de ces pertes en dosant le phosphore et le potassium sur un même produit, mais en opérant d'une part sur le liquide convenablement dilué provenant d'une minéralisation sulfonitrique, d'autre part sur le liquide de dissolution des cendres. Le potassium a été dosé par la méthode de LEULIER, VELLUZ et GRIFFON, déjà décrite, et le phosphore, par pesée du précipité de pyrophosphate de magnésie obtenu après isolement du phosphore à l'état de phosphomolybdate d'ammoniaque suivant la technique décrite par TREADWELL [36]. Les résultats trouvés ont été les suivants :

Nature du produit et élément dosé	<i>Minéralisation</i>	
	par voie humide	par calcination
	(en mg. p. 100 g.)	
Son - potassium	1731	1606
Farine très blanche - phosphore	156	145
Son - phosphore	1552	1436

Aussi, dans nos indications sur la valeur des différents éléments dans le grain de blé, laisserons-nous de côté certaines données classiques, mais déjà anciennes, comme les chiffres de WEHMER [38], ou le tableau de DEMPWOLF [39] et leurs relations du dosage des éléments minéraux de la teneur en cendres.

Cependant, il faut reconnaître l'intérêt de ces tableaux lorsqu'ils montrent combien sont minimales les variations de certains éléments des cendres.

SULLIVAN [40], qui s'est beaucoup occupé de la composition des matières minérales du blé, donne les chiffres suivants comme valeur moyenne :

	Blé	Farine	Pain
	(en mg. p. 100 g.)		
Potassium	571	168	200
Phosphore	428	113	140
Soufre	194	165	192
Magnésium	173	29	40
Chlore	55	51	1005
Calcium	48	16	80
Sodium	9	3	660
Silice	6	5	5

Les éléments cités dans ce tableau ne sont pas les seuls contenus dans le grain de blé. Bien d'autres sont connus et assez facilement mis en évidence, malgré la faiblesse de leurs proportions. Parmi eux, signalons, par ordre d'importance, le zinc, le nickel, le fer, le manganèse, le bore, le cuivre, l'aluminium, l'iode, l'arsenic, le cobalt, le sélénium, le fluor, le vanadium, etc...

Mais on voit que les éléments choisis pour notre étude : phosphore, calcium, magnésium, potassium, manganèse forment (le manganèse mis à part) la majeure partie des constituants des matières minérales.

Variations de ces éléments.

M. JAVILLIER, B. SULLIVAN et S. IMAS [41] ont titré les cinq éléments précités. Ils avaient examiné 17 échantillons de blé de quatre origines différentes, mais tous issus de la région parisienne ; ils appartenaient tous à des variétés différentes. Nous avons extrait de ces chiffres le tableau suivant :

TABLEAU X

trouvé pour :	azote	phosphore	calcium	magnésium	potassium	manganèse
maximum ..	2,78	567	45	167	591	4,80
minimum ...	1,53	359	22	130	513	2,6
moyenne ...	2,22	434	34	138	540	4,1

Nous eûmes connaissance du mémoire de M. JAVILLIER, B. SULLIVAN et S. IMAS bien après avoir entrepris nos recherches.

Des chiffres trouvés au cours de nos examens de blés, examens dont nous signalons les résultats dans les différents chapitres de ce travail, on peut tirer également le tableau suivant :

TABLEAU XI

trouvé pour:	matières protéiques	phosphore	calcium	magnésium	potassium	manganèse
maximum ..	17,4	486	74	218	702	5,2
minimum ...	8,40	238	36	92	483	3,19
moyenne ...	11,38	423	53	143	556	3,99

Ainsi, nos résultats subissent des écarts bien supérieurs à ceux de M. JAVILLIER et de ses collaborateurs. Ces écarts peuvent s'expliquer par la diversité d'origine de nos échantillons de blé, diversité bien supérieure à celle des blés étudiés par nos devanciers.

Cependant, les écarts entre les résultats des deux séries sont bien moindres pour les valeurs moyennes que pour les valeurs extrêmes. Ces valeurs moyennes sont également très proches de celles trouvées par SULLIVAN.

Mais il est un élément pour lequel les chiffres donnés par M. JAVILLIER sont nettement inférieurs à ceux de SULLIVAN et aux nôtres, *c'est le calcium*. L'origine commune des échantillons utilisés par ces auteurs, échantillons provenant d'une même région, pourrait expliquer cette particularité, elle serait seulement la résultante d'une influence extérieure en rapport avec le milieu, conformément aux considérations générales déjà données à propos des cendres du grain de blé et sur lesquelles nous reviendrons plus loin.

CHAPITRE II

INFLUENCE DES DIFFÉRENTS FACTEURS SUR LA COMPOSITION DES MATIÈRES MINÉRALES DU GRAIN DE BLÉ.

1^o) *Variété* : A. FEYTE a déterminé la teneur en phosphore total de 53 blés français et de 7 blés syriens. Les pourcentages en P^2O^5 des blés français ont varié de 0,80 à 1,41 (1), celui des blés syriens de 0,59 à 0,69 (2). La teneur de la plus grande majorité des blés français (79 p. 100) se trouve comprise entre 0,95 et 1 g. 21 de P^2O^5 p. 100 g. (3).

Il a reconnu que la variété intervenait très peu dans les variations du phosphore. Différentes variétés développées dans les mêmes conditions ont un pourcentage en phosphore sensiblement identique. Bien mieux, l'espèce même n'interviendrait pas, puisqu'un blé tendre (*Triticum sativum*) syrien a présenté la même teneur en phosphore que les blés durs (*Triticum durum*) de même origine. Il n'en irait pas de même pour d'autres éléments, d'après SCHRUMPF-PIERRON [23], qui a déterminé la teneur en K, Ca, Mg, P de variétés nouvelles introduites en Egypte sur un sol et sous un climat identiques et où, jusqu'alors, deux variétés seulement étaient cultivées : les blés « Hindi » et les blés « Baladi ». Et cet auteur de conclure : « Il y a des variétés de blé qui sont inaptes à assimiler la magnésie alors que leur affinité pour les autres éléments minéraux n'est pas modifiée dans les mêmes proportions, l'élément sol peut donc être inopérant lorsque l'élément variété (et peut-être aussi climat) agit en sens contraire. » C'est ce que confirment L. MAUME et J. DULAC [24] qui pensent que le comportement au point de vue chimique d'une variété diffère avec le milieu.

(1) Soit de 349 à 619 mg. en P. p. 100.

(2) Soit de 262 à 301 mg. en P. p. 100.

(3) Soit de 414 et 524 mg. en P. p. 100.

Des résultats que nous avons trouvés en prélevant quatre variétés différentes cultivées sur la même parcelle de terrain, on peut conclure (voir tableau I) :

a) Que les variations constatées sur la teneur en phosphore sont faibles, les écarts observés oscillent autour de 5 % en plus ou en moins de la valeur moyenne. Les différences trouvées pour le calcium et le potassium ne sont pas non plus très importantes.

b) Il n'en n'est pas de même pour le manganèse et surtout pour le magnésium. C'est justement, en effet, pour cet élément que nous trouvons les variations les plus grandes avec des écarts allant jusqu'à $100 \times \frac{218 - 92}{218} = 53$ p. 100 de la valeur maximum (1).

2°) *Climat et sol* : L'influence du climat serait prépondérante d'après A. FEYTE [42], qui signale que les blés syriens renferment beaucoup moins de phosphore que les blés français. Cet auteur a constaté également que les blés d'une même variété (Vilmorin 23) cultivés dans les mêmes conditions de sol et de fumure, ont, pendant des années sèches, une proportion de phosphore nettement inférieure à celle des blés cultivés pendant les années humides.

A ce sujet, nous ferons remarquer, bien que n'ayant effectué aucun travail sur ce point, que ces résultats étaient prévisibles si l'on veut bien se rapporter aux pages précédentes. En effet, on a vu que la teneur en cendres des blés augmentait lorsque ceux-ci étaient cultivés dans des conditions d'humidité importante. Comme de toute façon le phosphore constitue la majeure partie des matières minérales, il s'en suit que tout facteur élevant cette teneur en matières minérales doit probablement élever la teneur en phosphore.

(1) Le magnésium ne constituant qu'une fraction peu importante des cendres, on conçoit que la teneur totale en matières minérales soit peu modifiée, même lorsque cet élément varie dans d'aussi grandes proportions, ce qui ne s'oppose pas à ce que nous avons écrit au sujet de l'influence de la variété sur la teneur en cendres.

L'influence de la « nature du sol » sur la composition chimique du grain de blé a fait l'objet d'un travail de MIEGE et BRODSKIS [17].

Des examens auxquels ils ont procédé sur des blés de même variété, cultivés simultanément sur différents terrains, ils concluent que, contrairement à l'opinion générale, la nature du sol n'a pas une influence négligeable sur la composition du blé. Ainsi des terrains pauvres en P^2O^5 assimilable et MgO échangeable ont donné des grains pauvres en cendres et en ces deux éléments. MIEGE et BRODSKIS font remarquer à ce sujet que l'influence du climat ne saurait être invoquée.

A propos de ces essais, M. JAVILLIER [43] attribue aux grandes variations de constitution des sols, les variations relativement atténuées, mais cependant très sensibles, des grains.

DEMOLON [44], qui a montré que l'enrichissement du milieu par une fumure normale n'exerce sur la proportion d'azote, et de phosphore contenu dans le grain qu'une influence restreinte, pense que ce n'est pas l'état pédologique, ni le climat atmosphérique qui ont une importance sur la composition du grain de blé, mais le climat du sol lui-même ; « or, celui-ci varie avec le type pédologique, d'où la possibilité d'une alliance non identique de la maturation dans des sols très différents expérimentés en un même point ».

En résumé, il semble que la nature du sol ait une influence très nette sur la composition du grain de blé, mais que cette influence soit variable en direction et en intensité avec le climat.

CHAPITRE III

RELATION ENTRE LA « QUALITÉ » DU BLÉ ET SA COMPOSITION MINÉRALE.

M. JAVILLIER, B. SULLIVAN et S. IMAS [41] ont essayé d'établir les relations quantitatives directes entre les matières

azotées totales et tel ou tel élément. Après avoir dosé N, P, Mg, Ca, K, Mn dans 17 blés, ils concluaient qu'un parallélisme et même une proportionnalité existaient entre la teneur en azote et la teneur en divers autres éléments. D'après leur calcul, en effet, on pourrait établir les rapports ci-après :

100 grammes d'azote du grain correspondent en moyenne à :

21,2 grammes de phosphore,
7,3 grammes de magnésium,
1,8 grammes de calcium,
26,8 grammes de potassium,
0,2 gramme de manganèse.

Ils admettent cependant quelques variantes, variantes plus faibles pour le phosphore et le magnésium que pour les autres éléments. Les rapports établis par M. JAVILLIER, B. SULLIVAN et S. IMAS ne seraient donc rigoureux que pour ces deux éléments. Nous n'avons pas enregistré une telle concordance et les blés examinés par nous ne suivent pas la règle formulée par M. JAVILLIER et ses collaborateurs [41]. Le blé « Manitoba », par exemple, qui est, de tous les blés mis à notre disposition, celui dont la teneur en azote est la plus élevée, est loin de contenir la plus forte quantité de phosphore. Il en est de même dans les essais de MIEGE et BRODSKIS [17].

Enfin, l'étude de SCHRUMPF-PIERRON [23] montre qu'il n'y a pas de relation entre la teneur en azote et en magnésium chez le blé. Parmi 12 nouvelles variétés de blés égyptiens que cet auteur a examiné, la plus riche en azote (2.142 p. 100) se classe parmi les plus pauvres en magnésie (Mg O = 0,147 g. p. 100) (1).

R. GUILLEMET et C. SCHELL [45] présentent le problème de la relation entre la qualité du blé et sa composition, sous un autre jour.

Etudiant la localisation du soufre dans le grain de blé, ils constatent que celui-ci se concentre surtout à la périphérie, du grain, et, en particulier dans l'écorce. Or, ce sont les protides de l'assise corticale qui ont la plus mauvaise valeur boulan-

(1) Soit 89 mg. (Mg. p. 100).

gère (1). De plus, il a montré qu'il y avait un parallélisme très net entre la valeur boulangère et la valeur du rapport S/N du blé. La valeur boulangère diminue au fur et à mesure que le rapport S/N augmente.

Ainsi, il ne suffit pas de s'occuper du seul rendement en blé ; la recherche de la qualité est primordiale. Les enquêtes chimiques de tout ordre sur les constituants minéraux du blé et leurs rôles réciproques présentent un intérêt capital pour établir les relations susceptibles d'exister entre les constituants minéraux et la valeur boulangère ou alimentaire d'un blé et de ses dérivés.

CHAPITRE IV

COMPOSITION DES CENDRES DU BLÉ AU COURS DE LA MATURATION.

Étudiant la teneur en matières minérales du grain de blé (2) au cours de sa maturation, nous avons déterminé sa teneur en phosphore, calcium, magnésium, potassium et manganèse.

Les cendres ne subissent pas de variations importantes, tout au moins pendant la dernière période de maturation.

La teneur en *phosphore* de chaque grain de blé, rapportée à la substance sèche, subit des variations de faible amplitude, il est vrai, mais irrégulières et sans aucun rapport avec la teneur en cendres ou en azote du grain de blé. Le rapport phosphore
cendres prend, en effet, successivement les valeurs :

$$0,189 - 0,203 - 0,184 - 0,205 - 0,200$$

(1) Déterminée par les méthodes usuelles : teneur en gluten, extensimètre, farinographe.

(2) Voir tableau n° 7.

tandis que le rapport $\frac{\text{phosphore}}{\text{matières protéiques}}$ atteint :

0,037 - 0,040 - 0,036 - 0,042 - 0,029

La teneur en *magnésium* de 100 g. de blé sec diminue avec les progrès de la maturation et la croissance du grain de blé. Mais un fait remarquable se détache de cet ensemble, confirmant encore une fois l'intérêt du mode de présentation des résultats par unité de grain de blé : *la quantité de magnésium contenue dans chaque grain de blé reste constante pendant sa croissance*. Or, dans le grain de blé, le magnésium, élément minéral de la chlorophylle, entre dans la composition de la phytine et des matières pectiques. Pendant la période de nos prélèvements la plante commençait déjà à jaunir légèrement et on peut admettre qu'elle n'élaborait plus de chlorophylle. Dès lors, le fruit n'ayant plus besoin de nouveaux apports de magnésium, la teneur de celui-ci n'a plus augmenté. Mais, en raison de la localisation de la chlorophylle, il est difficile, d'admettre qu'il puisse y avoir une transformation du magnésium chlorophyllien en magnésium constituant de la phytine ; on pourrait donc en conclure que la phytine est déjà synthétisée dans le grain de blé au début de sa maturation. De toute façon, si les chiffres de nos analyses sont, quant à leurs variations, sensiblement en accord avec ceux trouvés par JAVILLIER et ses collaborateurs [41], notre interprétation en diffère totalement.

La teneur en *calcium* contenue dans chaque grain de blé est sensiblement constante. Elle augmente légèrement dans les deux premiers échantillons pour diminuer progressivement, mais faiblement, ensuite. L'augmentation constatée peut être expliquée par le fait qu'en passant de la consistance laiteuse à la consistance pâteuse, le syncytium qui constitue l'albumen voit chaque cellule se séparer des voisines par des cloisons et la formation de la couche moyenne de chaque membrane nécessite un apport de calcium dont l'excès est ensuite rejeté.

Le *potassium* subit des fluctuations à peu près conformes à celles constatées par JAVILLIER [41]. Mais, ici encore, nous ne

pouvons suivre les conclusions de l'intéressant travail de cet auteur qui, le premier, eut le mérite de rechercher les relations entre les éléments constituants du grain de blé. *Nous n'avons pas trouvé de parallélisme entre la teneur en azote et en potassium dans le grain de blé* ; chaque grain s'enrichit progressivement et régulièrement en azote, tandis que la quantité de potassium qu'il contient subit des variations irrégulières.

Enfin, les dosages du *manganèse* montrent l'accroissement du taux de ce métal pendant la période de maturation et plus encore pendant la période finale, lorsque s'élève, dans de fortes proportions, la teneur en gluten. Ce fait s'explique par l'étroite relation que nous avons constatée entre le manganèse et le gluten, comme nous le signalerons plus loin.

Nous n'avons pas cependant la prétention d'établir ici des conclusions définitives. Ces conclusions ne sont valables que dans le cadre où ont évolué nos recherches. Nous n'avons étudié la composition des cendres au cours de la maturation que pour une seule variété de blé et nos observations n'ont été réalisables, par suite de circonstances indépendantes de notre volonté, que pendant une période trop éloignée de la fécondation de l'ovule, pour en déduire des règles formelles.

Nous avons d'ailleurs le projet de reprendre sur ce point précis nos recherches et nos dosages.

CHAPITRE V

RÉPARTITION DES DIFFÉRENTS ÉLÉMENTS MINÉRAUX A L'INTÉRIEUR DU GRAIN DE BLÉ.

1^o) *Composition des matières minérales de l'enveloppe* : Nous avons déjà dit les difficultés que l'on rencontrait dans l'iso-

lement complet et intégral de l'enveloppe du grain de blé. Nous avons décrit la technique mise au point par A. GIRARD [31] et adoptée par nous pour effectuer cet isolement. Il faut un soin méticuleux, constant et de longue durée pour obtenir une quantité de matière nécessaire, suffisante pour procéder aux dosages des différents éléments minéraux. Aussi, la solution de ce problème n'a-t-elle pas fait l'objet de recherches. Tout au moins, nous n'en avons pas trouvé de relation.

E. FLEURENT [32] cependant, par un moyen détourné, a cherché à déterminer la teneur en phosphore de l'enveloppe du grain de blé. Pour avoir une quantité suffisante d'enveloppes du grain de blé étudié, cet auteur commençait à en extraire la farine au taux de 70 %, puis en prenait le son. Mais il fallait en séparer et peser la farine adhérente sans éliminer l'acide phosphorique et sans la modifier. L'alcool à 90° répond à ce desiderata ; l'auteur agitait une quantité connue de son dans l'alcool à 90°, pendant 20 heures environ. Le frottement des particules de son les unes contre les autres entraînait toute la farine, séparée ensuite par passage et lavage sur un tamis approprié.

Si cet artifice fournit aisément une quantité de produit assez considérable pour les analyses, il semble que ce soit aux dépens de la pureté des matières premières obtenues. D'autre part, si l'acide phosphorique peut être correctement dosé, après ce long contact avec l'alcool à 90°, il n'est pas dit qu'il en soit de même pour les autres éléments de l'enveloppe.

Aussi avons-nous préféré nous astreindre à séparer, sans nous lasser, une quantité suffisante d'enveloppes suivant la technique de A. GIRARD [31].

D'ailleurs, les techniques de microanalyse que nous avons utilisées pour effectuer nos dosages et la forte teneur en matières minérales de l'enveloppe, nous permettaient des prises d'essai relativement faibles, sans pour cela augmenter considérablement la proportion d'erreurs.

Quelques séries d'essais préalables ont été réalisées, leurs résultats n'ayant pas présenté une constance suffisante, nous

les avons rejetés en totalité ou en partie (1). Plus tard, après une mise au point rigoureuse, nous avons réalisé avec régularité une concordance dans nos résultats sur des dosages effectués en double. Ces résultats sont réunis dans le tableau VIII.

Il en résulte que : *la teneur de l'écorce en différents éléments varie considérablement d'un blé à l'autre* (ceci en accord avec ce qu'a trouvé FLEURENT pour le phosphore), *mais quel que soit l'élément considéré, c'est toujours dans l'écorce qu'il se trouve en plus grande quantité.*

Toutefois ceci n'est exact que pour les éléments ayant fait l'objet de nos essais : P, Ca, Mg, K, Mn. Une généralisation ne saurait être admise ; G. BERTRAND et SILBERSTEIN [34] ont montré, par exemple, que le soufre et le phosphore sont localisés d'une manière très différente et en quelque sorte inverse dans les parties des grains examinés. Cette répartition inégale entre l'amande et l'enveloppe explique aisément l'influence que peut avoir l'introduction d'une quantité, même faible, de son dans la farine.

20) *Composition des matières minérales de l'amande* : Nous n'avons que peu de choses à dire sur la composition minérale de l'amande totale et sur la répartition de chacun des éléments, étudiés à l'intérieur de l'amande. Les résultats de nos dosages et calculs sont réunis avec ceux des cendres dans les tableaux VIII et IX (2). Les variations constatées sont parallèles à celles trouvées pour les cendres. Il faut remarquer cependant la teneur en phosphore relativement faible de l'amande de certains blés (*Algérie, variété région de Nemours*, par exemple). Par ailleurs, nous avons constaté que la presque totalité du

(1) Ceci explique pourquoi dans le tableau n° 8 nous laissons en blanc les cases dans lesquelles nous aurions dû indiquer les résultats des dosages de P, Ca, Mg, K, Mn, alors que nous avons conservé les résultats trouvés pour les cendres et la teneur en enveloppes.

(2) Comme pour la teneur en cendres, la teneur en P, Ca, Mg, K Mn de l'amande a été déterminée en divisant par le pourcentage d'amande contenu dans le grain la différence entre la teneur dans le grain et la quantité contenue dans l'enveloppe et en multipliant le quotient par 100.

magnésium se trouve dans les enveloppes. Celles-ci contiennent, en effet, 597 mg. p. 100 en moyenne alors que la teneur en magnésium de l'amande est de 56 mg. p. 100. D'après nos résultats moyens, on peut donc calculer que dans 100 g. de blé 47,4 mg. de magnésium se trouvent dans l'amande et 91,6 mg., soit environ le double, se trouvent dans l'enveloppe.

TROISIÈME PARTIE

Étude de la farine

CHAPITRE I

TENEUR EN CENDRES DE LA FARINE.

L'étude de la localisation des matières minérales dans le grain de blé nous a montré l'irrégularité de leur répartition. Nous avons vu notamment les régions centrales de l'amande présenter une teneur bien inférieure à celle des parties périphériques, l'enveloppe du grain de blé se montrant plus riche en matières minérales que l'amande.

Dans ces conditions, plus le rendement du grain de blé en farine, c'est-à-dire le taux d'extraction, sera élevé, plus la richesse en cendres augmentera, parce qu'il sera nécessaire d'utiliser les parties périphériques de l'amande et parce que cette utilisation entraînera le passage dans la farine d'une plus grande quantité d'issues. On conçoit dès lors aisément que la teneur en cendres puisse constituer une bonne caractéristique du taux d'extraction.

Aussi la teneur en cendres des farines a-t-elle acquis une grande importance pour le contrôle de la pureté des farines.

Cette détermination a reçu sa consécration officielle dans le service des Douanes.

Pour plus de précisions, indiquons, d'après H. NURET, que le décret du 10 juillet 1931 fixe ainsi pour les Douanes françaises les farines de blé tendre :

Classe de la farine	Pourcentage d'extraction	Teneur en cendres sur matière sèche
A	0 à 70	0,55
B	0 à 52	0,51
C ¹	52 à 66	0,70
C ²	66 à 70	1,09

Même pour ces taux d'extraction dits « normaux » par opposition à ceux imposés par les nécessités du rationnement au cours de ces dernières années, la teneur en cendres s'accroît considérablement pour une élévation relativement faible du taux d'extraction. Nous verrons que cet accroissement s'accroît plus brutalement encore pour un pourcentage d'extraction supérieur à 70 p. 100.

Les courbes de MOHS et BRUCKNER [46] montrent la teneur en cendres des farines s'élever de 0,56 à 1,90 p. 100 lorsque le taux d'extraction croît de 70 à 100 %. Mais NURET [15] fait observer que, si cette courbe est correcte jusqu'à un taux d'extraction voisin de 70, elle ne l'est plus au delà. Si, jusqu'à ce taux d'extraction, la teneur en cendres de la farine est indépendante du blé utilisé, il est loin d'en être ainsi au delà. Pour nous, la courbe de MOHS BRUCKNER est une courbe de moyennes, il peut se produire des écarts autour des valeurs indiquées, mais elle constitue cependant un guide pour l'expert chargé de vérifier la pureté des farines.

J. COURBE [47] donne également un tableau indiquant la teneur en cendres et en manganèse des farines en fonction du taux d'extraction. D'après ce tableau, les variations de teneur en cendres pour des taux d'extractions voisins seraient assez faibles. La teneur en manganèse varierait dans des limites encore plus étroites. Mais l'auteur fait observer « ces chiffres n'ont qu'une valeur indicative ».

R.-C. SHERWOOD et Ch. BAILLEY [48] ont montré également que la teneur en cendres des farines varie avec celles du blé et que cette variation est linéaire. Pour EIDUS [49], la teneur en cendres du blé a une très grande importance analytique : il montre des farines extraites, toutes à 70 %, avec des teneurs en cendres variant entre 0,57 et 0,95.

Les recherches de nos devanciers s'adressent à des farines normales dont le taux d'extraction ne dépasse pas 70 %.

Nos recherches personnelles portent, au contraire, sur des farines à taux d'extraction bien supérieur.

Les farines examinées ont été prélevées sur différents points de la région languedocienne. Nous les avons classées d'après le taux d'extraction. Certaines montient une teneur en cendres trop faible, ou trop élevée, *prouvant ainsi que le taux d'extraction indiqué n'avait pas été respecté*. Nous avons néanmoins incorporé ces chiffres dans les moyennes générales dont les valeurs sont reproduites dans le tableau suivant :

TABLEAU XII

Taux d'extraction indiqué	Nombre de farines examinées	Moyenne de la teneur en cendres
80	27	0,97
85	306	1,19
90	140	1,46

Ces résultats concordent sensiblement avec les données de MOHS mais, si les moyennes sont normales, quelques résultats analytiques utilisés pour les calculer sont manifestement ou trop élevés ou trop faibles. C'est pourquoi, avec les farines extraites au taux de 85 %, nous avons poursuivi une enquête dans différents moulins de la région. Ces moulins, en général, de capacité d'écrasement faible ou à peine moyenne, étaient choisis parmi ceux pour lesquels le service du Contrôle des Céréales des Contributions Indirectes nous avaient fourni de très bons renseignements. D'ailleurs, le taux d'extraction a été contrôlé aussi souvent que possible par des prélèvements

et examens simultanés de blé et des divers produits de mouture. Le calcul du bilan des cendres nous permettait de vérifier les dires du meunier.

Nos essais ont porté sur 15 farines. La moyenne de la teneur en cendres a été de 1,14. Les chiffres extrêmes sont de 1,35 et 0,93. Nous n'avons trouvé aucun parallélisme sensible entre la teneur en cendres des blés et celle des farines qui en dériveraient. Pour des taux d'extraction aussi élevés et anormaux, le facteur « meunerie » a une importance au moins aussi grande que la qualité du blé utilisé.

Ce fait est bien mis en évidence dans l'essai que nous avons effectué sur un moulin de laboratoire et dont nous rapportons les résultats dans le tableau XIII.

Dans cet essai, des farines ont été extraites au moyen d'un moulin de laboratoire à des taux différents à partir d'un même blé. On assiste alors à une élévation du taux des cendres de 0,80 pour un taux d'extraction de 69 % jusqu'à 1,45 pour un taux voisin de 90 % (88,6 exactement). Mais l'influence du facteur « meunerie » est démasquée par une comparaison entre la teneur en cendres de deux farines extraites à des taux très voisins de 79,6 et 80 %, mais obtenues de façon différente.

La farine n° 2 (taux d'extraction 79,6 p. 100) a été obtenue en effectuant la séparation de la farine sur le tamis n° 70, le taux d'extraction étant réalisé directement (après chaque passage entre les cylindres).

La farine n° 3 a été préparée en séparant la farine sur le tamis n° 100, le taux d'extraction de 80 % étant obtenu en fin de mouture par mélange des produits les plus fins en quantité nécessaire et exactement suffisante à la réalisation du taux indiqué. Cette façon de procéder, bien qu'assez irrégulière, a été fréquemment appliquée ces derniers mois en meunerie.

Ce type de farine présente alors une teneur en cendres bien plus élevée que le premier.

Des discussions qui précèdent et de l'expérimentation qui vient d'être rapportée, on peut conclure que :

1°) La teneur en cendres des farines varie avec le taux d'extraction et croît régulièrement quand il s'élève.

Farines provenant d'un même blé extraites à des taux différents

N°	Taux d'extraction	Cendres	Matières protéiques	Phosphore	Calcium	Magnésium	Potassium	Manganèse	Phosphore lipidique	Phosphore minéral
1	69	0,80	11,8	170	25	23	265	0,96	11,5	17,6
2	79,6	0,94	11,9	220	26	26	350	1,7	13	20,4
3	80	1,07	11,9	263	27	61	419	2,1	14	20,8
4	84,9	1,35	11,9	328	32	92	460	2,9	14,7	25
5	88,6	1,45	12	350	37	96	496	3,4	15,6	33,04

2°) Pour des taux d'extraction inférieurs à 70 %, la teneur en cendres ne dépend que, pour une faible partie, de la qualité du blé et le facteur « meunerie » ne semble pas intervenir.

3°) Au contraire, pour des taux d'extraction supérieurs à 70 %, la teneur en cendres s'accroît beaucoup. Elle oscille autour de 0,90 pour un taux d'extraction voisin de 80 %, de 1,19 pour un taux voisin de 85 % et autour de 1,46 pour un taux voisin de 90 %. Mais pour des taux d'extraction aussi élevés les variations autour de ces chiffres acquièrent une importance particulière, car différents facteurs interviennent et, plus spécialement, la qualité du blé et le mode de mouture.

CHAPITRE II

ÉTUDE DE QUELQUES ÉLÉMENTS MINÉRAUX CONTENUS DANS LES FARINES.

Applications à la recherche du taux d'extraction.

La teneur en cendres des farines pouvant constituer un test intéressant pour la détermination du taux d'extraction, il était indispensable de rechercher si parmi les constituants de ces cendres l'un d'eux ne jouerait pas, d'une façon plus précise, que la teneur en cendres totales.

DEMPWOLF O. [50] a donné, en 1869, un tableau indiquant la composition des cendres des divers produits d'une même mouture. De ce tableau, BERLINER et KOOPMANN [51] ont tiré des courbes qui montrent qu'il y a proportionnalité entre la teneur en cendres d'un produit de mouture et celle en P^2O^5 , K^2O , MgO . De ceci, on pourrait conclure qu'étant donné la teneur en cendres d'une farine on peut, au moyen de ces courbes, calculer la composition des cendres.

Nos dosages montrent, comme nous le verrons plus loin, que plus une farine est riche en cendres, plus s'accroît le pourcentage de tel ou tel élément. Mais il paraît bien difficile d'admettre qu'il y ait une proportionnalité. D'ailleurs, même si cette relation existait, elle serait sans grand intérêt pratique au point de vue du dépistage des fraudes. Il est vraisemblable que le coefficient de proportionnalité varie avec la nature du blé utilisé. Il serait alors nécessaire de posséder la matière première, ce qui est très rarement réalisable, et d'en faire une étude rigoureuse avant d'établir la proportionnalité des éléments minéraux.

Au lieu de prétendre à une règle fixe, d'exactitude incertaine, d'interprétation trop subjective, nous avons préféré, devant un tel problème, comparer les résultats trouvés expérimentalement et ceux obtenus sur des produits bien déterminés. Mais, en raison des nombreuses variations qui peuvent se produire, il importe de se baser sur un nombre particulièrement élevé d'examen. Sur ce point, comme sur d'autres, notre travail ne peut être considéré que comme une contribution à cette étude et le sujet traité devra être complété par un nombre bien plus important d'observations. Seule, une statistique considérable appuyée par un grand nombre de chiffres, permettrait à l'expert de porter avec certitude un jugement.

Pour éliminer une des causes principales de variations, nous devons tout d'abord exposer les résultats obtenus au cours des analyses de farines provenant d'un même blé mais extraites à des taux différents. C'est ce que nous avons consigné dans le tableau XIII, les conclusions en sont les suivantes :

1^o) la teneur en P, Ca, Mg, K, Mn des farines augmente avec le taux d'extraction ;

2^o) l'augmentation subie varie avec l'élément considéré. Lorsqu'on élève le taux d'extraction de 70 à 90 %, elle est de :

51,5 %	pour le phosphore
32,4 %	pour le calcium
76 %	pour le magnésium
46,5 %	pour le potassium
74,7 %	pour le manganèse

Ainsi le phosphore et plus encore le magnésium et le manganèse subissent les variations les plus importantes. Ce sont donc ces éléments qu'il y aura intérêt à doser pour vérifier le taux d'extraction d'une farine.

3^o) L'accroissement subi par un des éléments considéré est plus important que celui subi par la teneur en cendres.

4^o) Les variations sont particulièrement nettes lorsque le taux d'extraction passe de 80 à 85 %. Il n'y a pas de proportionnalité entre le taux d'extraction et la quantité d'un élément contenu dans la farine.

5^o) Enfin, le mode de mouture influe considérablement sur la teneur en cendres. Les farines n^{os} 2 et 3 ont été extraites sensiblement au même taux. La quantité d'azote qu'elles contiennent est approximativement la même, la teneur en chacun des éléments considérés est bien différente, comme leur teneur respective en cendres.

Or, les deux taux d'extraction 79,6 et 80 % ont été obtenus par le même expérimentateur avec le même moulin. Il est donc à prévoir que des variations bien plus importantes se produiront lorsqu'on opérera non seulement avec des blés différents, mais encore avec des blés broyés dans les moulins dont le diagramme de mouture, le nombre de broyages, la longueur et la forme des cylindres ne seront pas les mêmes. Ces variations ont retenu d'une façon toute spéciale notre attention.

Nous avons, en effet, déterminé la composition des farines extraites dans divers moulins de la région, moulins à caractéristiques différentes et dont nous avons pu vérifier le rendement. Tous ces moulins sont à cylindres avec plansichters. Leurs capacités d'écrasement, différentes, sont indiquées dans le tableau XIV, dans lequel nous avons fait figurer la composition des matières minérales du blé utilisé, celle de la farine et, à titre indicatif, celle des issues obtenues. Nous y avons, en outre, indiqué le rapport de la quantité de l'élément dosé dans la farine à celle dosée dans le blé correspondant.

	50 quintaux		100 quintaux		250 quintaux		Écart entre les deux rapports pour 100
	Blé	Farine Rapport Farine blé	Son	Blé	Farine Rapport Farine blé	Son	
Capacité d'écrasement du moulin :							
Rendement	1,92	85	7	2,04	85	4	9
Cendres		1,4	7,12		1,12	7,69	7,05
Matières protéiques	12,2	11,6	17,8	12,7	9,3	19,1	12,9
Phosphore	435	235	1356	430	230	1320	1618
Calcium	52	32	127	53	44	180	155
Magnésium	134	59	710	161	71	788	618
Potassium	492	307	1926	536	330	2311	1900
Manganèse	4,5	2,2	16,1	4,3	2,3	16,7	15,4
Capacité d'écrasement du moulin :							
Rendement		90	6		90	8	
Cendres	2,01	1,40	8,21	2,02	1,44	7,74	
Matières protéiques	12,7	12,1	15,6	12,4	12,0	13,7	
Phosphore	447	373	1651	486	355	1804	
Calcium	39	37	116	36	34	123	
Magnésium	139	109	627	152	113	711	
Potassium	482	386	1921	564	457	2182	
Manganèse	3,7	6,35	15,7	4,6	3,5	17	

C'est par la valeur de ces rapports que l'on peut, à notre avis, mesurer l'influence du mode de mouture utilisé.

Pour les deux farines extraites au taux de 85 % les valeurs des rapports des cendres $\frac{M}{M'}$ sont sensiblement identiques.

Il en est de même pour les deux farines extraites au taux de 90 %. Mais il n'en est pas ainsi pour tous les éléments. Ceux qui semblent être les plus constants sont les rapports du magnésium $\frac{Mg}{Mg'}$ et du potassium $\frac{K}{K'}$. Ayant relevé de grandes variations pour le magnésium dans les farines d'un même blé suivant le taux d'extraction, ces essais soulignent l'intérêt que peut présenter le dosage du magnésium pour la détermination du taux d'extraction d'une farine.

Nous avons déjà vu également que la teneur en calcium n'augmentait que faiblement avec une élévation du taux d'extraction. Ces remarques justifient et confirment l'opinion de NEUMANN qui a depuis longtemps signalé l'intérêt que présente la connaissance du rapport $\frac{Ca\ O}{Mg\ O}$ pour les différents éléments de la mouture.

Ceci ne signifie nullement que le dosage des autres éléments soit sans intérêt. Ils constituent chacun un indice dont la convergence permet de donner une indication précise si ce n'est une conclusion formelle. Mais les considérations précédentes paraissent montrer que le dosage du magnésium est le plus intéressant. C'est lui, en effet, qui échappe avec le plus de constance aux facteurs de variations autres que le taux d'extraction de la farine (v. tableau XV, pp. 74-75).

Pour nous rendre compte de ce que peuvent fournir ces dosages nous avons déterminé, dans plusieurs farines extraites à des taux divers, la teneur en chacun des différents éléments étudiés : P, Ca, Mg, K, Mn. Les résultats de ces dosages sont reportés dans le tableau XV. Nous avons également indiqué dans ce tableau la moyenne des résultats trouvés.

D'après ces moyennes la quantité d'éléments minéraux contenus dans les farines augmente avec le taux d'extraction.

Pour les taux d'extraction extrêmes les écarts maxima trouvés dans les moyennes sont parfois un peu différents de ceux calculés plus haut (voir page 69).

Les chiffres trouvés sont :

TABLEAU XVI

73,5 p. 100 pour le phosphore	47,8 p. 100 pour le potassium
41 p. 100 pour le calcium	78,4 p. 100 pour le manganèse
72,2 p. 100 pour le magnésium	

On voit donc cependant que ce sont toujours les trois mêmes éléments : phosphore, magnésium et manganèse, qui subissent les plus grandes variations. Ce sont donc ces éléments qu'il conviendra de doser dans les farines pour déterminer avec le plus de sûreté le taux d'extraction de celles-ci.

Cependant, l'examen détaillé des chiffres indiqués dans ce tableau engage à la prudence dans les conclusions à formuler. Certaines farines ont une teneur en phosphore ou en tout autre élément moins grande qu'une autre farine extraite à un taux bien inférieur. Autrement dit, il est impossible de fixer *dans des limites étroites* la teneur en un des éléments pour un taux d'extraction déterminé. Les variations subies sont assez grandes.

Pour les taux d'extraction, de 85 et 90 p. 100, taux pour lesquels nous possédons le plus grand nombre de dosages, nous avons réuni dans le tableau XVII, pour chacun des éléments étudiés, les limites extrêmes de ces variations.

TABLEAU XVII

Taux d'extraction :		Phosphore	Calcium	Magnésium	Potassium	Manganèse
85 %	Maximum	318	62	92	500	3,9
	Minimum	209	31	48	304	1,8
90 %	Maximum	400	50	131	513	4,6
	Minimum	239	30	55	350	2,5

TABLEAU N° XV

74

Taux d' extraction	Refus au tamis		Cendres	Matières protéiques	Phosphore	Calcium	Magnésium	Potassium	Manganèse
	90	120							
70			0,52	9,83	78	22	25	204	0,74
<i>id.</i>			0,51	11,6	102	"	30	245	0,62
<i>id.</i>			0,53	12,3	99	25	34	212	0,73
moyenne			0,52	11,2	93	23	30	220	0,69
75	0	0,4	0,60	12,5	164	25	30	313	0,98
80	2,2	7	0,88	12,8	224	35	64	402	2,2
<i>id.</i>	4,4	2,2	0,72	11,5	188	22	46	327	1,1
<i>id.</i>			0,89	12,2	146	34	47	310	1,28
moyenne			0,83	12,2	186	30	52	346	1,53
85	5,8	1,2	0,95	12,5	308	62	73	370	2,9
<i>id.</i>	1,7	14	0,91	12	220	33	48	317	2,3
<i>id.</i>	7,1	1	0,93	10,4	238	42	66	304	2,2
<i>id.</i>	6,3	14	0,94	10,4	209	33	56	353	1,8
<i>id.</i>	9,6	1,2	1,27	11,5	318	45	83	324	2,7
<i>id.</i>	9	1,4	1,24	13,7	305	40	81	346	2,5
<i>id.</i>	5,7	2,4	1,18	12,3	"	34	76	500	2,6
<i>id.</i>	14	7,7	1,05	10,3	225	31	92	300	2,2
<i>id.</i>	9,3	3,2	1,10	10,2	258	31	63	348	3,9
<i>id.</i>	10	12	1,29	11,9	275	46	85	368	2,3
<i>id.</i>	11	15	1,13	13,4	284	56	76	500	2,6
<i>id.</i>	1,2	10	1,10	10,3	255	37	41	363	2,0
<i>id.</i>	13,2	14	1,07	11,6	257	34	74	326	2,3
<i>id.</i>	3	3,6	1,05	10,9	228	37	72	361	2,2

90	13	7,5	1,44	11,9	355	34	113	457	3,5
<i>id.</i>	16	8,4	1,40	11,6	239	36	73	350	2,5
<i>id.</i>	15	9	1,56	12,3	400	40	131	500	2,9
<i>id.</i>	"	"	1,43	12	413	44	80	393	3,2
<i>id.</i>	18	11	1,51	16,6	357	40	123	378	2,5
<i>id.</i>	11	1	1,43	12,6	309	40	117	358	2,5
<i>id.</i>	14	7	1,26	11,2	300	37	93	363	2,9
<i>id.</i>	30	11	1,66	12,4	350	39	113	487	3,1
<i>id.</i>	39	15	1,65	10,7	388	45	128	513	4,6
<i>id.</i>	"	"	1,41	11,6	394	50	167	442	3,2
<i>id.</i>	22	13	1,40	17	373	30	"	412	3,8
<i>id.</i>	10	9	1,43	12,6	343	38	109	410	"
moyenne			1,46	12,7	351	39	108	422	3,2

Ce tableau donne des indications qui, pensons-nous, peuvent être très utiles au cours d'une expertise.

On sait, qu'en dehors de la teneur en cendres, il existe des indices souvent utilisés pour la détermination du taux de blutage d'une farine. Les essais granulométriques ou colorimétriques, le dosage des matières grasses ou plus exactement de l'extractif étheré donnent des renseignements précieux, mais ces dosages ne donnent pas non plus des réponses précises. Aussi estimons-nous n'avoir pas fait œuvre inutile en effectuant ces recherches ; elles peuvent apporter un complément d'information et nos résultats, même s'ils demandent, répétons-le, à être complétés, peuvent cependant permettre de fournir des indications précieuses dans certains cas. Comme nous le verrons plus loin, ce sont à peu près les seuls éléments à rechercher lorsqu'il s'agit non plus de farines mais de leurs dérivés, le pain par exemple.

Forme sous laquelle se trouvent les éléments minéraux contenus dans les farines

Ce problème a été envisagé de plusieurs façons. Des auteurs ont déterminé la répartition des éléments minéraux dans les différents constituants des farines : fraction soluble, gluten, amidon ; d'autres auteurs ont envisagé les liaisons chimiques des molécules qui contiennent un des éléments de la farine.

Pour la recherche des éléments minéraux dans les constituants des farines on extrait le gluten suivant le procédé habituel et on dose les matières minérales contenues dans le gluten, dans l'eau d'entraînement et dans l'amidon.

NOTTIN et DARTOIS [52], étudiant la répartition des éléments minéraux d'une farine entre le gluten, l'eau d'entraînement et l'amidon, constatent que l'eau renferme la plupart des éléments minéraux et, en particulier, la totalité de la potasse. Nous-même avons souvent constaté l'absence de potassium dans le gluten et l'amidon ainsi que l'absence totale du manganèse dans l'amidon. Par contre, nous avons constaté que le

manganèse est contenu principalement dans le gluten. La teneur en manganèse du gluten s'élève considérablement avec le taux d'extraction.

L. CROC [53] opère sur quatre produits de mouture d'un même blé provenant :

- le 1^{er} des 3 premiers broyages,
- le 2^e du 4^e broyage,
- le 3^e du 5^e broyage,
- le 4^e du 6^e broyage.

Ces quatre produits mélangés fourniraient une farine à 75 %. Comme nous l'avons vu, chacun des produits constitue une fraction différente de l'amande du grain de blé ; chaque fraction correspond à une partie d'autant plus périphérique que le broyage est plus poussé. L'auteur constate que la partie soluble dans l'eau s'enrichit d'autant plus en phosphore, magnésium et calcium, que l'on s'éloigne davantage du centre du blé. Les variations de la teneur en phosphore, magnésium et calcium du gluten et de l'amidon de chacun des produits de mouture sont assez irrégulières et L. CROC conclut que ces éléments ne sont pas liés aux protéines.

Pourtant, G. BERTRAND [34] estime que le phosphore contenu dans le gluten s'y trouve au moins partiellement à l'état de combinaison organique et cet auteur attribue aux substances du groupe des gliadines la plus grande richesse en phosphore.

C'est d'ailleurs le phosphore qui, parmi les éléments contenus dans le grain de blé, a fait l'objet du plus grand nombre de recherches. Ce métalloïde peut se trouver sous plusieurs formes organiques. Esters oses phosphoriques, phytiniques, lipidiques, protidiques, nucléoprotéidiques et même sous forme pyrophosphoriques.

Si NEUMANN et bien d'autres auteurs attribuent au phosphore, dans le blé, au moins en partie, une forme minérale, P. RENG-NIEZ [54] écrit : » Il n'existe pas de phosphates dans les farines ». Mais cette affirmation est loin d'avoir été confirmée. Certes, à notre avis, la quantité de phosphore minéral contenu dans les farines doit être faible, mais elle n'est pas négligeable et,

pour l'évaluer, nous avons dosé le phosphore minéral contenu dans des farines extraites à des taux différents (voir tableau XIII) Ainsi sa teneur croît avec le taux d'extraction et elle atteint le dixième du phosphore total.

Les études sur le phosphore lipidique concordent pour montrer son accumulation dans le germe du grain de blé, dans l'embryon. A. LEULIER et H. CREVAT [55] ont constaté que, parmi les produits de mouture, le son renferme plus de phosphore lipidique que la farine. Selon SULLIVAN et NEAR [56], les derniers produits de broyage sont plus riches en phosphore lipidique que les premiers.

Nous avons effectué, en collaboration avec A. ROUQUETTE et P. ANDRÉ [57], une série de dosages de phosphore lipidique dans les produits de mouture. Nos résultats trouvés sont consignés dans les tableaux IX et XIII. Ceux du tableau IX montrent les variations du phosphore lipidique suivant les diverses parties de l'amande.

Les farines provenant des deux premiers broyages sont plus riches en phosphore lipidique que celles provenant des trois derniers. Ceci s'explique par le fait que ces deux premiers broyages entraînent non seulement les parties centrales de l'amande, vraisemblablement pauvres en phosphore lipidique, mais encore la presque totalité des germes des grains de blé, très riches en cette matière. Il est vraisemblable que la teneur en phosphore lipidique va en croissant du centre à la périphérie.

Mais il convient de noter que le blé et les céréales en général sont relativement pauvres en lipides phosphorés, surtout si on les compare aux graines de la famille des Légumineuses. Nous avons réuni dans le tableau XVIII les résultats de dosages que nous avons fait porter sur les graines de Graminées et de Légumineuses les plus usitées.

TABLEAU XVIII

	<i>Phosphore total</i>	<i>Phosphore lipidique</i>
Blé.....	409	15,6
Seigle.....	270	7,4
Maïs.....	184	5,7
Pois cassés verts.....	321	49,4
Féverolles.....	364	42,5
Haricots.....	476	37,5
Pois chiches.....	366	35,2
Lentilles.....	306	32,8

CHAPITRE III

ROLE DES MATIÈRES MINÉRALES DES FARINES DANS LA NUTRITION.

Peu de substances alimentaires ont été l'objet de recherches aussi nombreuses que le blé sur la valeur nutritive de leurs différents constituants. Nous ne prétendons pas entreprendre une discussion de leurs résultats. Mais après nos longues recherches nous nous croyons en droit d'envisager quelques aspects du rôle des matières minérales par le pain et tout spécialement les quantités nécessaires à l'homme et celles que leur apporte le blé à l'état de farine. Il est prouvé (voir A. GIRARD [31]) que ces substances sont extraites en totalité des cellules qui les contiennent, au cours de la traversée du tube digestif, ce qui n'implique nullement leur absorption totale et simultanée par l'organisme.

Quel est l'apport des farines en matières minérales ? En admettant que les farines soient consommées sous forme de

pain, la ration journalière de l'adulte étant de 300 grammes environ et à un taux d'humidité voisin de 38 g. p. 100, le poids de la farine sèche ingérée est de 186 grammes, mais l'apport journalier en matières minérales dû au pain sera en fonction du taux d'extraction. Le tableau XIX donne la valeur de cet apport (calculé d'après les moyennes des tableaux XI et XV) :

TABLEAU XIX

Ca/2	Taux d'extraction	Cendres	Phosphore	Calcium	Magnésium	Potassium	Manganèse
0,24	70	0,97	173	43	55	409	1,28
0,16	80	1,54	346	56	97	643	2,85
0,16	85	2,01	448	74	132	678	4,56
0,10	90	2,71	652	72	201	784	5,95
0,12	98 100blé	3,78	768	98	265	1034	7,42

J. VELLUZ [58] a présenté des renseignements intéressants sur la quantité de *magnésium* apportée par une ration normale bien équilibrée. Cette quantité est variable suivant les auteurs cités et oscille, d'après ceux-ci, entre 200 et 400 mg. Ces chiffres pouvant être considérés comme correspondant aux besoins normaux de l'organisme, la quantité de magnésium apportée par la ration de pain telle qu'elle est fixée actuellement, peut satisfaire presque en totalité aux besoins en magnésium de l'organisme.

Mais, d'après les recherches de BRULL [59] les quantités de magnésium nécessaires seraient plus élevées. Cet auteur, opérant chez des sujets à bilan magnésium négatif, conclut de ces travaux, que la quantité nécessaire serait de 3 mg. 4 par jour et par kilogramme, ce qui correspond, pour un sujet de 60 kg. environ, à 200 mg. Mais, en raison des pertes par défaut d'absorption intestinale, le taux du magnésium dans le régime alimentaire doit être relevé et porté à 600 mg. par jour pour un sujet de 60 kilogs. Ce besoin, dont la valeur ne dépasse pas celle d'une moyenne, montre que, même avec les farines

employées actuellement en boulangerie, la quantité de magnésium apportée par le pain atteint tout au plus la moitié des besoins nécessaires à l'adulte.

La nécessité du *potassium* pour l'entretien de la vie et pour la croissance des animaux a été bien souvent mise en évidence. D'après VANHEMS [37], la quantité de potassium fixée par l'animal adulte est nulle, ce qui n'implique pas l'inutilité de ce métal pour l'adulte. Il exige une quantité au moins égale à celle éliminée pendant une période jeune. Cette quantité étant fixée aux environs de 0 g. 65, on voit que celle apportée par un pain obtenu avec une farine extraite à 85 % serait suffisante.

Nous n'envisagerons pas la question des besoins en manganèse, élément oligosynergique, mais nous nous appesentirons plus longtemps sur les besoins en *calcium* et *phosphore*. Ce point très important vient de faire l'objet d'une mise au point de H. et M. HINGLAIS [60] qui ont condensé et interprété sous une forme intéressante les principales recherches effectuées.

L'utilisation du calcium (et du phosphore) par l'organisme dépend de deux facteurs essentiels : les apports et équilibres phosphocalciques et la vitamine D.

Seule, la première condition est de notre ressort. Un régime pauvre en phosphore et pauvre en calcium ne provoque pas de rachitisme chez le rat, mais on provoque la maladie avec un régime enrichi en calcium. Un régime inverse, riche en phosphore et pauvre en calcium, provoque également des lésions des os. Par contre, la forme sous laquelle sont administrés ces deux produits n'intervient pas. Il suffit que le rapport Ca/P soit compris entre 0,5 et 3 et que la quantité de chacun des éléments soit suffisante. Le besoin strict de calcium du sujet adulte étant de 450 à 550 mg. par jour, on voit que, même en utilisant une farine extraite à 98 p. 100, un appoint considérable en calcium par d'autres aliments que le pain sera indispensable.

Or, en l'absence quasi totale de produits lactés (l'appoint apporté par les fromages étant négligeable dans une ration

d'adulte) la ration de calcium est nettement déficitaire, car les autres aliments utilisés sont pauvres en calcium.

Le déficit en phosphore est également assez élevé. Les besoins stricts en phosphore ne sont que de 1350 à 1650 mg. par jour ; le pain a lui seul, en apporte actuellement 768 mg., soit à peu près la moitié de ce qui est nécessaire. Or, le rapport phosphocalcique des farines étant excessivement faible, et plus encore pour les farines extraites à des taux élevés, la quantité importante de phosphore apporté par le pain est en grande partie inutilisable en raison de l'insuffisance de calcium.

En résumé :

1^o) L'apport en matières minérales du pain est très importante et il varie avec le taux d'extraction des farines. De ce point de vue on doit donner la préférence aux farines extraites à un taux élevé, bien que le taux de 90 % puisse être considéré comme un maximum, une élévation même importante de ce taux n'entraînant qu'un enrichissement très faible en matières minérales.

2^o) Les besoins en potassium et en magnésium peuvent être couverts entièrement par la ration actuelle de pain.

3^o) L'apport en phosphore de la ration de pain est considérable, mais une faible proportion seulement peut être utilisée en raison de la pauvreté en calcium.

QUATRIÈME PARTIE

Étude du pain

CHAPITRE I

APPLICATION

DES DOSAGES DES MATIÈRES MINÉRALES A LA RECHERCHE DU TAUX D'EXTRACTION DES FARINES UTILISÉES EN BOULANGERIE.

Nous avons vu l'intérêt que pouvaient présenter les dosages des cinq matières minérales étudiées dans la détermination du taux d'extraction. Ces dosages permettent de confirmer et souvent de préciser les autres déterminations analytiques habituellement effectuées (dosage des cendres, de l'extractif éthéré, des matières protéiques, essais granulométriques). Ces déterminations ne peuvent plus être utilisées pour le pain. Les matières grasses sont transformées ou partiellement détruites au cours de la fermentation et de la cuisson, les essais granulométriques ne peuvent plus être effectués puisque la farine a été transformée en une masse compacte.

Quant aux cendres, l'addition de chlorure de sodium augmente considérablement leur teneur et peut même modifier leur composition. On sait, en effet, que les cendres ne constituent que le reflet des matières minérales contenues dans

une substance et ne peuvent être considérées comme représentant la somme des composés minéraux qui y sont contenus. Certes, il est toujours possible de corriger le résultat trouvé en défalquant la quantité de chlorures contenus dans ces cendres, mais même en effectuant cette correction les résultats restent entachés d'une erreur non négligeable.

Le dosage des matières protéiques ne donne pas non plus de renseignements bien précis.

C'est en se basant sur ces considérations que BRUERE [9] a recherché un autre test qui permettrait d'identifier la farine ayant servi à la fabrication d'un pain, avec une farine ou un mélange de farine étalonnée. Il a indiqué le dosage du manganèse. Cet auteur a montré, en effet, que le dosage du manganèse dans les cendres d'un pain donne sensiblement le même chiffre que le dosage de cet élément dans les cendres de la farine ayant servi à la panification. Toutefois, les résultats trouvés pour le pain sont légèrement inférieurs à ceux donnés par la farine.

Nous avons cherché à voir si les autres éléments ayant fait l'objet de cette étude ne permettraient pas d'aboutir au même résultat et pour cela nous avons dosé chacun des cinq éléments (P, Ca, Mg, K, Mn) dans des farines et dans les pains correspondants. Les résultats trouvés, rapportés à 100 g. de substance sèche, sont réunis en partie dans le tableau XX.

TABLEAU XX

		Phosphore	Calcium	Magnésium	Potassium	Manganèse
N° 1	Pain	410	81	155	468	3,4
	Farine	400	71	158	475	3,5
N° 2	Pain concentré de captivité	200	31,5	62	380	2,0
	Farine	210	31	64	370	2,1

Ainsi, on trouve sensiblement les mêmes chiffres pour le pain et pour la farine. Il peut se produire parfois des écarts entre les éléments de la farine et du pain, écarts dus aux miné-

raux apportés par l'eau, par le sel ou par la levure. Les éléments dont la teneur risque d'être la plus différente sont le calcium et le potassium. Or, précisément nous avons vu que ce sont ces deux éléments qui sont le moins caractéristiques du taux d'extraction.

Ainsi donc nous pouvons confirmer les résultats que BRUERE a appliqués au manganèse et les étendre au phosphore et au magnésium.

Il peut arriver que ces déterminations deviennent indispensables. Sans fournir aucune indication on demande parfois à l'expert de préciser si le pain qui lui est soumis a été fabriqué avec une farine extraite au taux légal ou de préciser le taux d'extraction de la farine utilisée.

De telles questions nous ont été posées parfois et, dans certains cas, où nous avons pu avoir connaissance des suites données à notre examen, nous avons eu la satisfaction d'apprendre que nos conclusions avaient été reconnues exactes.

Or, nous n'avions basé ces conclusions que sur les résultats donnés par les dosages du phosphore, du magnésium et du manganèse.

Or, nous avons établi que pour un taux d'extraction déterminé la teneur en éléments minéraux ne pouvait être fixée dans des limites étroites. Les résultats que donneront ces dosages ne seront donc que des indices. Néanmoins, ils permettent d'apprécier approximativement la valeur du taux d'extraction et l'expérience nous a montré qu'ils sont souvent suffisants.

Les éléments donnant les renseignements les plus précis sont ceux pour lesquels les variations observées sont les plus grandes, lorsqu'on modifie le taux d'extraction, et pour lesquels l'origine du blé et le facteur meunerie ont le moins d'influence. Nous avons vu que le phosphore, le magnésium et le manganèse répondaient assez bien à ces exigences. Pour le pain, une restriction est à faire. Nous avons, en effet, parfois remarqué que la teneur en magnésium d'un pain était souvent plus élevée que celle de la farine correspondante. Ceci est imputable à l'apport en magnésium du sel utilisé au cours de la panification.

Il convenait de signaler cette cause d'erreur en faisant remarquer que la teneur du pain en magnésium fixait seulement la teneur maxima en magnésium de la farine correspondante. Les teneurs du pain en phosphore et en manganèse ont toujours été reconnues égales à celles de la farine.

CHAPITRE II

INFLUENCE DE LA TENEUR EN CALCIUM SUR LA VALEUR BOULANGÈRE DES FARINES.

Nous avons remarqué, au cours de l'étude du rôle des matières minérales des farines dans la nutrition, l'importance de leur apport en phosphore dans le régime alimentaire. Mais nous avons vu également que ce phosphore ne pouvait être utilisé par l'organisme en raison de l'insuffisance du calcium, insuffisance d'apport aussi bien par le pain que par les autres aliments constituant la ration actuelle ; ainsi ne peut être réalisée une compensation à cette carence.

L'addition d'un sel de calcium à la farine au cours de la panification élèverait la quantité de calcium absorbé par l'organisme et favoriserait l'assimilation du phosphore. Or, d'après H. et M. HINGLAIS [60] la forme sous laquelle le calcium est introduit importe peu. Dès lors, il deviendrait aisé de choisir un sel convenable. Nous avons porté notre choix sur le carbonate de calcium, sel d'obtention facile, d'un prix peu élevé et incapable de modifier la saveur des aliments. Mais il était nécessaire de se demander si ce sel ne modifierait pas le travail de la pâte et si sa présence ne diminuerait pas la valeur boulangère de la farine à laquelle on l'incorpore.

Cette valeur boulangère dépend de deux facteurs différents. Le premier est en rapport avec les glucides et les diastases

que contient la farine, il consiste dans la production plus ou moins considérable de glucides fermentescibles susceptibles de produire le gaz carbonique nécessaire à la formation des alvéoles soulevant la pâte. On le mesure en déterminant la quantité de glucides réducteurs susceptibles de se produire dans des conditions bien déterminées, analogues aux conditions dans lesquelles se trouve la pâte au cours de la panification ; *c'est le pouvoir amylolytique.*

Le deuxième facteur est en rapport avec les protides et notamment le gluten que contient la farine. Il doit permettre par son élasticité la formation de bulles non confluentes, bulles qui s'agrandissent par dilatation au cours de la cuisson et qui doivent subsister au moment du refroidissement. On peut mesurer cette « qualité » de la farine en déterminant le travail effectué et la résistance qu'oppose une lame de pâte faite avec la farine étudiée lorsqu'elle subit une pression gazeuse dans des conditions bien déterminées. L'appareil utilisé dans ce but est *l'extensimètre* de Chopin.

Nous avons déterminé la valeur du pouvoir amylolytique d'une farine extraite au taux de 90 % dont la teneur en calcium était de 37 mg. p. 100, la teneur en phosphore de 373 mg. p. 100 et à laquelle nous ajoutons des quantités exactes de carbonate de calcium. Les résultats trouvés sont réunis dans le tableau XXI

TABLEAU XXI

Teneur totale en Ca en mg. p. 100	Rapport Ca/P	Pouvoir amylolytique (1)
37	0,09	3,90
77	0,20	3,85
107	0,28	3,75
173	0,46	3,68
347	0,93	3,64
587	1,57	3,64
857	2,29	3,50
1127	3,00	3,29

(1) Déterminé suivant une technique dérivée de celle de Guillemet (13)
— (Nous n'avons pas défalqué la teneur en glucides réducteurs contenus initialement dans la farine).

L'addition de carbonate de calcium diminue bien faiblement le pouvoir amylolytique, même si l'apport du sel de calcium est important.

Nous avons effectué également quelques essais à l'extensimètre de Chopin. Mais nous ne disposons que d'un appareil de modèle ancien, non automatique ; par ailleurs, n'ayant pu utiliser cet appareil avec assez de liberté, il ne nous a pas été possible de tirer des conclusions formelles de nos essais. Cependant, il ressort de nos essais que l'addition de carbonate de calcium à la pâte ne modifiait pas les résultats trouvés.

Par contre, avec A. ROUQUETTE, nous avons procédé à des essais de panification d'une farine contenant une quantité importante de succédanés autorisés par la loi et possédant les caractéristiques d'une farine extraite à un taux compris entre 80 et 85 p. 100.

Cette farine, assez ancienne, avait été obtenue par tamisage au tamis n° 70 d'un mélange de farines extraites au taux de 98 %. Son acidité était assez élevée (0 g. 15 de SO^4H^2 p. 100).

Le mode opératoire suivi pour la panification a été le suivant :

Quantités utilisées :

Farines	1 kg
Eau	600 cm ³
Sel	15 gr.
Levure.....	7 g.
Carbonate ou phosphate de calcium...	q. v.

L'eau contenant le chlorure de sodium en solution et, éventuellement le carbonate ou le phosphate de calcium en suspension, est versée dans le pétrin avec les $\frac{3}{4}$ de la farine. Après une *frase* de cinq minutes au cours de laquelle les $\frac{3}{4}$ de la levure sont ajoutés, on laisse la pâte au repos pendant cinq minutes. Ce délai écoulé, le pétrin est mis en marche. On ajoute le restant de la farine, puis la levure, et on effectue une deuxième frase de 15 minutes, suivie d'un repos de trois minutes et d'une nouvelle frase de deux minutes. On abandonne la pâte au repos pendant trois heures à 25°, on procède ensuite à la *tourne* : division de la pâte en 3 portions de même poids,

auxquelles on donne la forme longue et, après apprêt de 50 minutes en banneton à 25°, on procède à la cuisson par un séjour de 40 minutes dans un four porté à 240-245°.

Nous avons procédé à 3 essais de panification, chaque essai comportant un témoin et un essai effectué avec une certaine quantité de sel de calcium.

Dans tous les cas les pains « calciques » ne présentaient extérieurement aucune différence avec les témoins. En aucun cas, il n'était possible de déceler à la dégustation la présence du sel de calcium introduit.

L'examen des pains, effectué après 24 heures de ressuage, a donné les résultats suivants : (pp. 90-91-92) :

*Panification avec 5 g. de CO²Ca**Panification ordinaire*

Rendement	129, 1 p. 100	130, 5 p. 100
Dimensions extrêmes en cm.	3 — 10,3 — 8,3	33,5 — 9,8 — 1,2
Poids en g.	430	435
Volume en cm ³	1041	1050
Développement.....	3,18	3,18
Croûte	aspect :	jaune doré une crevasse longitudinale profonde
	consistance :	ferme, un peu sourde
	épaisseur en m/m. :	4
	aspect :	jaune doré
	consistance :	assez ferme, sourde
	épaisseur en m/m. :	2
Mie	irrégulièrement bullée	régulièrement bullée
Humidité moyenne (en g. p. 100)	28,7	30,8
Acidité de la mie (en g. de SO ⁴ H ² p. 100)	0,06	0,04
Phosphore	138	141
Calcium	30	204
Valeur du rapport Ca/P	0,21	1,47

Panification avec 11 g. de CO³Ca

Rendement	130,8	133,7	
Dimensions extrêmes en cm.	32 — 11,7 — 6,7	32,5 — 10,0 — 6,5	
Poids en g.	436	436	
Volume en cm ³	1590	1585	
Développement.....	3,64	3,58	
Croûte	supérieure	aspect :	brun jaunâtre
		consistance :	ferme, un peu sourde
		épaisseur en m/m. :	4
	inférieure	aspect :	brun jaunâtre
		consistance :	ferme, sonore
		épaisseur en m/m. :	4
Mie	finement bullée - quelques grosses bulles à la périphérie		
Humidité moyenne (en g. p. 100)	31,3	30,1	
Acidité de la mie (en g. de SO ⁴ H ² p. 100)	0,06	0,04	
Phosphore	150	153	
Calcium	30	4 8	
Valeur du rapport Ca/P	0,	,80	

	<i>Panification ordinaire</i>	<i>Panification avec 10 g. de $(PO^4)^2Ca$</i>	
Rendement	125,5	121	
Dimensions extrêmes en cm.	35,5 — 8,5 — 6,4	32,6 — 8,5 — 6,4	
Poids en g.	1255	1210	
Volume en cm ³	3550	3450	
Développement.....	2,82	2,85	
Croûte	supérieure	aspect :	brun jaunâtre
		consistance :	ferme, sonore
		épaisseur en m/m. :	4
	inférieure	aspect :	brun doré
		consistance :	ferme, sonore
		épaisseur en m/m. :	4
Mie	finement bullée, quelques grosses bulles à la périphérie	assez largement et assez régulièrement bullée	
Humidité moyenne (en g. p. 100)	30,4	27,7	
Acidité de la mie (en g. de SO^4H^2 p. 100)	0,09	0,09	
Phosphore	191	350	
Calcium	36	415	
Valeur du rapport Ca/P	0,18	1,18	

Ces essais montrent nettement que l'addition de sels de calcium à la pâte ne gêne en rien son travail. Le développement est sensiblement le même avec ou sans addition de sel de calcium. Lorsque des différences se produisent elles sont faibles et sont en faveur tantôt de l'un des procédés, tantôt de l'autre. Il n'existe pas non plus de différences entre l'état de cuisson des pains. L'acidité de la mie est souvent diminuée dans les pains calcifères, ce qui est aisément explicable. Par contre, la valeur du rapport Ca/P se trouve considérablement modifiée, ce qui aurait pour conséquence de favoriser l'absorption du phosphore.

Notons que l'addition de calcium en panification a déjà été préconisée, en 1917, par LAPICQUE et LEGENDRE. Ces auteurs indiquaient l'avantage qu'il y avait à préparer le pain au moyen de l'eau de chaux pour assurer une meilleure panification aux farines extraites à des taux élevés, la chaux intervenant comme agent de neutralisation de l'acidité provoquée par les diastases du son. P. BUERE, à la séance du 1^{er} juillet 1942 de la Société de Pharmacie de Paris, rappelait les avantages de ce procédé de panification. Nos essais montrent alors le double intérêt que présenterait l'addition de carbonate de calcium à la farine, comme agent neutralisant et comme agent calcifiant et fixateur du phosphore.

Conclusions

La discussion des résultats obtenus par nos devanciers dans l'étude de la teneur en cendres du grain de blé et l'ensemble de nos recherches sur ce point confirment l'importance attribuée en analyse à la détermination des cendres du blé et de ses dérivés. Les blés de la région languedocienne et de la région provençale étudiés par nous répondent à ces mêmes principes :

La teneur en matières minérales est sujette à des variations, déterminées par le sol, les amendements, le climat. Le facteur « variété » nous paraît exercer une influence non négligeable sur la teneur en cendres, mais il resterait à déterminer si cette influence est fugace ou si elle résiste à une longue culture.

Les limites du taux des cendres fixées par NEUMANN : 1,5 - 2,4 p. 100 peuvent être acceptées.

Pour la France, les fluctuations enregistrées par les auteurs sont en fonction des années, des récoltes et des régions.

L'étude de 104 échantillons de blés récoltés dans la région languedocienne nous a montré que le taux des cendres pour les blés de cette région oscille entre 2,52 et 1,52, avec une moyenne de 1,98, accusant une minéralisation plus élevée que pour les blés des autres régions de la France, mais se montrant conforme aux observations de BALLAND, de NOTTIN et ALEXEIEVSKY, fixant à 1,96 la teneur moyenne en cendres des blés de la région méditerranéenne.

Un facteur nouveau d'appréciation est offert par la relation constante existant entre le poids du grain de blé et la quantité

de matières minérales qu'il contient ainsi que l'exprime mieux le rapport avec le poids de 1.000 grains. Ce système d'appréciation montre que la teneur du grain en matières minérales est d'autant plus élevée que le grain est plus lourd. La quantité de matières minérales contenue dans un grain représente sensiblement le 1/50^e de son poids.

Sa richesse en azote varie sensiblement dans le même sens que les cendres.

On trouverait ici un processus important d'estimation des blés destinés à la fabrication de produits de régime, et sans doute la possibilité d'améliorer le rendement et la qualité du blé, en aidant la migration des matières minérales vers le caryopse au cours de la maturation.

Pendant la maturation du caryopse, les cendres et les matières fixes subissent des fluctuations parallèles auxquelles participent les matières protéiques. L'enrichissement en matières protéiques se poursuit même pendant les derniers jours de la maturation, alors que le caryopse a déjà perdu une notable proportion d'eau : les matières protéiques paraissent assurer, à elles seules, à cette époque, l'élévation du poids de matières fixes.

La répartition des matières minérales exprimées en cendres dans le caryopse du blé est inégale. Les téguments, c'est-à-dire les éléments constituant la partie organisée du son, soit : péricarpe et téguments de la graine avec assise protéique, représentent, d'après nos estimations, 15,35 p. 100 du caryopse entier, valeur très voisine de celle fixée par A. GIRARD : 15,56. Les cendres de ces enveloppes nous ont donné par contre des résultats bien différents : A. GIRARD leur attribue un pourcentage de 4,70 ; nous avons trouvé un taux plus élevé : 6,20 p. 100, valeur moyenne à laquelle nous nous maintenons. Mais cette teneur en cendres des enveloppes varie dans de très larges limites d'un blé à l'autre, suivant l'origine marchande, sans qu'il nous soit possible de faire la part revenant aux différents facteurs influençant la minéralisation du caryopse.

L'amande est plus pauvre en cendres que les enveloppes ; malgré une masse bien plus importante elle recèle seulement

les 9/20^e des cendres totales. Ce rapport est cependant plus élevé que celui admis par nos devanciers. L'accumulation des matières minérales dans les téguments est à rapprocher de l'accumulation de ces mêmes éléments à la périphérie de l'amande, où elle se trouve en parallèle avec une élévation du taux des matières protéiques, comme si cette accumulation était en rapport avec l'évolution embryologique et anatomique du caryopse.

L'étude des cendres au point de vue de leur constitution, même réduite à l'étude du phosphore, calcium, magnésium, potassium, manganèse, révèle des faits intéressant la biologie générale et la chimie analytique.

La variété n'exerce qu'une influence très faible sur la teneur en phosphore, en calcium, en potassium du grain de blé. Par contre, son influence est considérable sur la teneur en magnésium et en manganèse.

Les relations établies par M. JAVILLIER et ses collaborateurs entre la teneur en azote et la teneur en P, Ca, K, Mg, Mn n'ont pas été retrouvées par nous. Nous avons observé que, au cours de la maturation du blé, la teneur du caryopse en phosphore subit des variations irrégulières. Le pourcentage de magnésium diminue pendant cette période, en réalité la quantité de Mg contenue dans chaque grain reste constante ; au contraire, la teneur en manganèse ne cesse de croître jusqu'à la fin de la maturation. Cette augmentation est en relation avec le brusque apport des matières protéiques pendant la même période.

La constitution des cendres issues des enveloppes est soumise à des fluctuations analogues à celles du poids des cendres. Cependant, on peut admettre comme moyennes : phosphore 1.361 ; calcium 202 ; magnésium 597 ; potassium 1.390 ; manganèse 13, 8 en mg. p. 100 de matière sèche. Le taux du manganèse, 13,8, est très voisin de celui indiqué par BRUERE : 13.

En appliquant à la farine notre système de recherches, nous avons pu confirmer les fluctuations que subissait la teneur en cendres, suivant le taux d'extraction, la qualité du blé et le facteur meunerie. S'il n'y a pas, comme on le sait, un rapport

rigoureux et constant entre la teneur en cendres et ces différents éléments, il n'en demeure pas moins un ensemble de faits susceptibles d'apporter des renseignements en vue d'un contrôle.

Pour des taux d'extraction supérieurs à 70 p. 100, la teneur en cendres des farines s'élève brusquement avec le taux d'extraction et sans proportionnalité.

La moyenne de la teneur en cendres de farines extraites à un taux authentique de 85 p. 100 est de 1,14 ; les chiffres trouvés oscillent entre 0,92 et 1,35. Pour des farines commerciales, la valeur moyenne de la teneur en cendres est de 0,90 avec un taux d'extraction proche de 80 p. 100, 1,19 avec un taux voisin de 85 p. 100, et 1,45 avec un taux voisin de 90 p. 100. A ces taux élevés d'extraction, la qualité du blé et plus encore le facteur meunerie acquièrent une importance particulière.

Des éléments de précision analytiques sont fournis par le titrage du P, du Mg, et du Mn dans la farine et contribuent d'une façon efficace au contrôle du taux d'extraction. Nous avons fixé la valeur de chacun de ces éléments.

Ils permettent de dépister le taux d'extraction d'une farine panifiée lorsqu'on ne dispose que du pain. Ils permettent, d'autre part, d'identifier une farine avec une farine panifiée.

Cet ensemble de résultats analytiques trouve en bromatologie leur écho.

Le pain apparaît comme une source de Mg particulièrement importante lorsqu'il dérive de farines à taux d'extraction élevé. L'apport en phosphore total par une ration de 300 g. de pain issu d'une farine extraite à 98 p. 100, telle que les circonstances nous l'imposent, satisferait à lui seul, à la moitié des besoins journaliers d'un adulte s'il n'existait pas dans cet aliment une carence importante en calcium. Or, cette carence ne peut être compensée par l'apport en Ca des autres aliments. Aussi peut-on envisager l'addition d'un sel de Ca (carbonate ou phosphate) aux farines de notre ravitaillement actuel. Des essais de panification en ont démontré les possibilités et fixé les résultats.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] MOUSSERON (M.). — Quelques applications du microdosage de l'ammoniaque. (*Thèse Doct. Pharm.*, Montpellier, 1927.)
- [2] THIVOLLE (L.). — Méthode de microdosage de l'acide phosphorique. (*Bull. Soc. Chim. Biol.*, 1935, XVII, 1427.)
- [3] JAVILLIER (M.). — Sur les méthodes microanalytiques et particulièrement sur les microdosages de l'azote et du phosphore. (*Ann. Sc. agro.*, 1923, XI, 343.)
- [4] EMBDEN. — Eine gravimétrische Bestimmungsméthode für kleine phosphorsäuremenge. (*Z. Physiol. Chem.*, 1921, CXII, 138.)
- [5] MACHEBEUF (M.). — Méthode permettant le dosage exact du phosphore dans de petites quantités de sang. (*Bull. Soc. Chim. Biol.*, 1926, VIII, 464.)
- [6] GUILLAUMIN (Ch.-O.). — Calcium et calcémie chez l'homme. (*Bull. Soc. Chim. Biol.*, 1932, XIV, 105.)
- [7] LEULIER (A.), VELLUZ (L.) et GRIFFON (H.). — Sur le microdosage du potassium dans les milieux biologiques. (1928, x, 1238.)
- [8] BERTRAND (G.). — Recherche et dosage de petites quantités de manganèse, en particulier dans les substances organiques. (*Bull. Soc. Chim.*, 191, IX, 361.)
- [9] BRUERE (P.). — Nouvelle donnée pour l'expertise des farines des pains. Le dosage colorimétrique du manganèse appliqué à l'expertise des farines et des pains. (1934, nos 303-304, 150.)
- [10] LEMELAND. — Recherches chimiques et biologiques sur les matières grasses et les lipoides du sang. (*Bull. Soc. Chim. Biol.*, 1921, III, 152.)

- [11] HINGLAIS (Mme). — Contribution à l'étude de la répartition du phosphore dans les organes des différents vertébrés. Phosphore total - phosphore lipidique. Rapport phosphore lipidique - phosphore total. (*Thèse Doct. Sc.*, Paris, 1928.)
- [12] D'après THOMAS (P.). — Précis de biochimie. (*Masson et Cie*, édit., Paris, 1936.)
- [13] GUILLEMET (R.). — Contribution à l'étude de la fermentation alcoolique. La fermentation panaière. (*Thèse. Doct. Sc.*, Strasbourg, 1936.)
- [14] NEUMANN. — Brotgetreide un Brot.
- [15] NURET (H.). — Etudes sur la meunerie. Les matières minérales. Les cendres. (*La Meunerie française*, nos de février à juillet 1932 inclus.)
- [16] GEOFFROY (R.). — Le blé, la farine, le pain. (*Dunod*, édit., Paris, 1939.)
- [17] MIEGE (E.) et BRODSKIS (G.). — Influence de la nature du sol sur la composition chimique du grain de blé. (*C. R.*, 1939, CCVIII, 2102.)
- [18] IVANOF. — Cité par H. NURET [15].
- [19] NOTTIN (P.) et ALEXEIEVSKY (A.). — Contribution à l'étude des blés de la récolte de 1938. (*C. R. Ac. Agri.*, 1939, 54.)
- [20] LECLERC (J.) et JEARBOOK. — U. S. Dépt 1906-199. Cité par R. GEOFFROY [16].
- [21] BALLAND (A.). — Les aliments. (*J.-B. Baillière et Fils*, édit., Paris, 1907.)
- [22] ALABOUVETTE (L.). — La qualité des blés cultivés en France et le problème de son amélioration. (*Ann. Sc. Agr.*, 1934, IV, 207.)
- [23] SCHRUMPF-PIERRON (P.). — Effet du facteur variété sur l'équilibre minéral du blé. (*C. R. Soc. Biol.*, 1932, CXI, 846.)
- [24] MAUME (L.) et DULAC (J.). — Nutrition minérale comparée des blés de printemps et des blés d'automne. (*C. R. Ac. Agri.*, 1937.)
- [25] COLEMAN. — Milling and baking qualities of World Wheats. (*Bulletin technique du Département de l'Agriculture de Washington*, octobre 1930, n° 197 : cité par H. NURET [15].
- [26] OSBORNE (T.-B.) et MENDEL (L.-B.). — *J. Biol. Chem.* 1912, XII, 473.
- [27] OSBORNE (T.-B.) et MENDEL (L.-B.). — *J. Physiol. Chem.*, 1912, XXC, 307.

- [28] OSBORNE (T.-B.) et MENDEL (L.-B.). — *J. Amer. Assoc.*, 1905. cités par G. MARTIN-CHARPENEL [33].
- [29] GEOFFROY (R.). — Le blé, la farine, le pain. (*Dunod*, édit., Paris, 1939, page 36.)
- [30] LAPICQUE (L.). — *Bull. Ac. Méd.*, séance du 17 Décembre 1940.
- [31] GIRARD (A.). — Composition chimique et valeur alimentaire des diverses parties du grain de froment. (*Gauthier-Villars*, édit., Paris, 1884.)
- [32] FLEURENT (E.). — Le pain de froment. (*Gauthier-Villars*, édit., Paris, 1911.)
- [33] MARTIN-CHARPENEL (G.). — Le pain de froment. (Chaumont et Barcelonnette, 1937.)
- [34] BERTRAND (G.) et SILBERSTEIN (L.). — Le soufre et le phosphore dans les diverses parties du grain de blé. (*Ann. Inst. Pasteur*, 1933, II.)
- [35] SULLIVAN (B.) et HOWE (M.). — Minerals of Wheat I Sulfur and chlorine. (*Cereal Chemistry*, 1929, p. 396.)
- [36] TREADWELL (F.-P.). — Manuel de chimie analytique. (Traduction française, t. II, p. 401, *Dunod*, édit., Paris, 1920.)
- [37] WANHEMS (G.). — Recherches expérimentales sur la biochimie du potassium. (*Thèse Doct. Sc.*, Lyon, 1934.)
- [38] WEHMER. — Cité par NURET [15].
- [39] DEMPWOLF (O.). — Untersuchung der ungarischen Weizens und Weizenmehl. (*Ann. Chem. Pharm.*, 1869, CII, 343.)
- [40] SULLIVAN (B.). — *Cereal Chemistry*, 1933, p. 503.)
- [41] JAVILLIER (M.), SULLIVAN (B.) et IMAS (S.). — Sur les rapports entre la richesse en azote du grain de blé et sa teneur en divers éléments chimiques. (*C. R. Ac. Agri.*, 1927, 102.)
- [42] FEYTE (A.). — Répartition du phosphore dans les blés et les farines. (*C. R. Ac. Agri.*, 1933, 925.)
- [43] JAVILLIER (M.). — Influence de la nature du sol sur la composition chimique du grain de blé. (*C. R. Ac. Agri.*, 1939, p. 708.)
- [44] DEMOLON (A.) et BURGEVIN (H.). — Utilisation des éléments fertilisants dans la production du grain chez les céréales. (*C. R.*, 1939, CCVIII, 667.)
- [45] GUILLEMET R.() et SCHELL (C.). — Le soufre du blé, sa nature, sa répartition-corrélation entre le rapport soufre/azote dans

- le blé et la valeur boulangère de la farine. (*C. R.*, 1933, CLXXXVI, 1053.)
- [46] MOHS et BRUCKNER. — Cité par NURET [15].
- [47] COURBE (J.). — La farine panifiable et les « améliorants » biologiques de la panification. (*Vigot frères*, édit., Paris, 1934.)
- [48] SHERWOOD (R.-C.) et BAILEY (C.-H.). — Relation entre le taux des cendres du blé et celui de la farine. (*Cereal Chemistry*, 1938, 437.)
- [49] EIDUS. — Relations entre la teneur en cendres du grain et de la farine. (*La Meunerie*, 1937, n° 9, d'après le *Bulletin des Anciens Elèves de l'Ecole de Meunerie*, 1938, n° 65, 33.)
- [50] DEMPWOLF (O.). — Untersuchung der ungarischen Weizens und Weizenmehl. (*Ann. Chem. Pharm.*, 1869, CII, 343.)
- [51] BERLINER et KOOPMANN. — Cité par NURET [15].
- [52] NOTTIN (P.) et DARTOIS (E.). — La répartition des matières minérales dans la farine de froment et taux d'extraction des farines et leur valeur alimentaire. (*C. R. Ac. Agri.*, 1934, 843 et 989.)
- [53] CROC (L.). — Contribution à l'étude des éléments minéraux dans le grain de blé. Leur influence sur la nutrition et la panification. (*Thèse Doct. Pharm.*, Lyon, 1932.)
- [54] RENGNIÉZ (P.). — De l'acide phosphorique dans les principales farines alimentaires commerciales. (*Thèse Doct. Pharm.*, Paris, 1911.)
- [55] LEULIER (A.) et CREVAT (H.). — Détermination du phosphore total, du phosphore lipidique et des phytostérols dans les produits de mouture du blé. (*Journ. Pharm. Chim.*, 1931, xv, 214.)
- [56] SULLIVAN (B.) et NEAR (Cl.). — *Cereal Chemistry*, 1928, 163.
- [57] DELGA (J.), ROUQUETTE (A.) et ANDRÉ (P.). — Phosphore total et phosphore lipidique de quelques aliments d'origine végétale. (*Bull. Soc. Chim.*, 1942, à paraître.)
- [58] VELLUZ (J.). — Recherche sur le magnésium sérique. (*Thèse Doct. Méd.*, Lyon, 1934.)
- [59] BRULL. — Cité par WOLF in Exposés annuels de Biochimie médicale. (*Masson et Cie*, édit., Paris, 1939.)
- (60) HINGLAIS (H.-M.). — Carence calcique et régime alimentaire phosphore-calcium et vitamine D. (*Masson et Cie*, édit., Paris, 1941.)

TABLE DES MATIÈRES

AVANT-PROPOS	7
--------------------	---

INTRODUCTION	9
--------------------	---

PREMIÈRE PARTIE

Matériel et techniques analytiques utilisées	11
PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON A EXAMINER	12
TECHNIQUES	12
1° Humidité	12
2° Cendres	12
3° Matières protéiques	12
DOSAGE DES ÉLÉMENTS MINÉRAUX	13
Préparation des liqueurs destinées aux dosages	13
Minéralisation par voie humide	14
Minéralisation par voie sèche	14
Phosphore	15
Calcium	16
Magnésium	16
Potassium	18
Manganèse	19
Phosphore lipidique	20
Phosphore minéral	21

DEUXIÈME PARTIE

Etude des cendres et des matières minérales du grain de blé	23
I. — ÉTUDE DES CENDRES DU GRAIN DE BLÉ	23
<i>Chapitre I</i> . — Teneur en cendres du grain de blé	24
Limite des variations de cette teneur	24
Facteurs influençant la teneur en cendres	25
1 ^o Sol et amendements	25
2 ^o Climat	26
3 ^o Variété	27
<i>Chapitre II</i> . — Teneur en cendres des blés de différents pays	28
Teneur en cendres des blés de France ...	28
1 ^o Variation avec la récolte	28
2 ^o Variation avec la région	29
Blé de la région du Sud de la France ...	29
<i>Chapitre III</i> . — Rapports existant entre la teneur en cendres et diverses caractéristiques d'un blé	32
Relation entre le poids d'un grain et sa teneur en cendres	32
Relations entre la teneur en azote et la teneur en cendres du blé	34
<i>Chapitre IV</i> . — Evolution des cendres du grain de blé au cours de la maturation	35
<i>Chapitre V</i> . — Répartition des cendres à l'intérieur du grain de blé	39
Cendres de l'enveloppe	39
1 ^o Isolement de l'enveloppe	40
2 ^o Pourcentage des enveloppes contenues dans le blé	42
3 ^o Cendres de l'enveloppe et leur rapport avec les cendres du grain de blé	43
Cendres de l'amande	43
1 ^o Teneur moyenne en cendres	43
2 ^o Répartition des cendres à l'intérieur de l'amande	45

II. — ÉTUDE DE QUELQUES ÉLÉMENTS MINÉRAUX CONTENUS DANS LE GRAIN DE BLÉ	48
<i>Chapitre I.</i> — Etude qualitative et limite des variations observées	48
Variations de ces éléments	51
<i>Chapitre II.</i> — Influence des différents facteurs sur la composition des matières minérales du grain de blé	53
1 ^o Variété	53
2 ^o Climat et sol	54
<i>Chapitre III.</i> — Relation entre la « qualité » du blé et sa composition minérale	55
<i>Chapitre IV.</i> — Composition des cendres du blé au cours de la maturation	57
<i>Chapitre V.</i> — Répartition des différents éléments minéraux à l'intérieur du grain de blé	59
1 ^o Composition des matières minérales de l'enveloppe	59
2 ^o Composition des matières minérales de l'amande	61

TROISIÈME PARTIE

Étude de la farine	63
<i>Chapitre I.</i> — Teneur en cendres de la farine	63
<i>Chapitre II.</i> — Étude de quelques éléments minéraux contenus dans les farines	68
Applications à la recherche du taux d'extraction	68
Forme sous laquelle se trouvent les éléments minéraux contenus dans les farines ...	76
<i>Chapitre III.</i> — Rôle des matières minérales des farines dans la nutrition	79

QUATRIÈME PARTIE

Étude du pain	83
---------------------	----

<i>Chapitre I.</i> — Application des dosages des matières minérales à la recherche du taux d'extraction des farines utilisées en boulangerie	83
--	----

<i>Chapitre II.</i> — Influence de la teneur en calcium sur la valeur boulangère des farines	86
--	----

CONCLUSIONS	95
-------------------	----

BIBLIOGRAPHIE	99
---------------------	----

En ma qualité de censeur de
tour j'ai lu la Thèse ayant pour
titre :

*Contribution à l'étude des Cendres
et de quelques éléments minéraux
contenus dans le blé, la farine et
le pain,*

par Jean DELGA

Je pense que la Faculté peut en
permettre l'impression.

Montpellier, le 30 Octobre 1942.

Le Professeur,
A. JUILLET.

Vu :

Montpellier, le 30 Octobre 1942.

Le Doyen :
ASTRUC.

VU ET PERMIS D'IMPRIMER :
Montpellier, le 31 Octobre 1942.

Le Recteur,
SARRAILH.

DEUXIÈME QUESTION

PROPOSÉE PAR LA FACULTÉ

LES TRANSPORTEURS D'HYDROGÈNE EN BIOLOGIE.

